UNTERSUCHUNGEN AN PSEUDOHALOGENOMETALLATEN DES CADMIUMS UND QUECKSILBERS

von
Peter Hilfrich
aus Bamberg

1977

1977 № 227

UNTERSUCHUNGEN AN PSEUDOHALOGENOMETALLATEN DES CADMIUMS UND QUECKSILBERS

Der Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg
zur
Erlangung des Doktorgrades

vorgelegt von
Peter Hilfrich
aus Bamberg

Tag der mündlichen Prüfung: 24.6.1977

Vorsitzender der
Promotionskommission: Professor Dr. E. Schweizer
Erstberichterstatter: Professor Dr. G. Thiele
Zweitberichterstatter: Professor Dr. H. Behrens

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Anorganische Chemie I der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg in der Zeit von Mai 1974 bis April 1977 angefertigt.

Mein besonderer Dank gilt
Herrn Prof. Dr. G. Thiele für die Themenstellung und für seine wertvollen wissenschaftlichen Anregungen und Ratschläge.

Herrn Prof. Dr. K. Brodersen bin ich für das mit stets entgegengebrachte Vertrauen zu Dank verpflichtet.

Herrn Prof. Dr. D. Breitinger danke ich für die Beratung bei der Anfertigung des schwingungsspektroskopischen Teils der Arbeit.

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41548225_0007

Inhaltsverzeichnis Seite

1.	Einleitung und Problemstellung	1
2.	Allgemeiner Teil	7
2.1.	Literaturüberblick	7
2.2.	Bindungsverhältnisse und Isomerieerscheinungen bei Cyanaten	10
2.3.	Einfluß der Gegenionen	15
2.4.	Mögliche Strukturen von Alkalimetallcyanatometallaten	17
2.5.	Elektronenstruktur der d^{10}- Kationen	18
2.6.	Problematik Komplexverbindung - Doppelsalz	21
2.7.	Untersuchung von hydratisierten Phasen	23
3.	Spezieller Teil	25
3.1.	Präparative und röntgenographische Untersuchungen	25
3.1.1.	Allgemeines	25
3.1.2.	Allgemeine Darstellungsmethoden für Cyanatometallate	25
3.1.3.	Darstellung gemischter Pseudohalogenodicyanomercurate	27
3.1.4.	Kristallzüchtung von Cyanatometallaten	27
3.1.5.	Alkalimetallcyanate	28
3.1.6.	Cyanate der d^{10}- Metallionen	30
3.1.7.	Untersuchungen an Kaliumcyanatocadmaten	33
3.1.8.	Untersuchungen an Kaliumcyanatomercuraten	42
3.1.8.1.	Untersuchung der Reaktion wäßriger $Hg(NO_3)_2$- Lösungen mit KOCN	43

Seite

3.1.8.2.	Untersuchung der Reaktion wäßriger $Hg(CH_3COO)_2$- Lösungen mit KOCN	46
3.1.8.3.	Zusammenfassung	47
3.1.8.4.	Röntgenographische Charakterisierung der Kaliumcyanatomercurate	47
3.1.8.5.	Strukturuntersuchung der Verbindung $KHg(NCO)_3$	49
3.1.8.6.	Strukturuntersuchung der Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$	60
3.1.9.	Untersuchungen an Rubidium- und Cäsiumcyanatomercuraten	78
3.1.9.1.	Röntgenographische Charakterisierung	81
3.1.10.	Untersuchungen an Kaliumchlorocyanatomercuraten	86
3.1.10.1.	Präparatives	85
3.1.10.2.	Röntgenographische Charakterisierung der Chlorocyanatomercurate	86
3.1.11.	Untersuchung der Reaktionsprodukte von $Hg(CN)_2$ mit Alkalimetallhalogeniden und -pseudohalogeniden	90
3.1.11.1.	Allgemeines	90
3.1.11.2.	Über Kristallwassergehalt und Isotypiebeziehungen	91
3.1.11.3.	Doppelsalzcharakter der Halogenodicyanomercurate	93
3.1.11.4.	Untersuchungen am System $NaOCN-Hg(CN)_2$	94
3.1.11.5.	Untersuchungen am System $KOCN-Hg(CN)_2$	108
3.1.11.6.	Untersuchungen am System $RbOCN-Hg(CN)_2$	118
3.1.11.7.	Untersuchungen am System $CsOCN-Hg(CN)_2$	120

Seite

3.1.11.8.	Untersuchungen an Dicyanothiocyanatomercuraten	129
3.1.11.9.	Untersuchungen an Dicyanoazidomercuraten	134
3.1.11.10.	Zusammenfassende Betrachtung der ternären Halogenodicyanomercurate	138
3.2.	Schwingungsspektroskopische Untersuchungen	141
3.2.1.	Allgemeines	141
3.2.2.	Schwingungsspektrum des freien Cyanations	141
3.2.3.	Einflüsse der Koordination an Metallatome	142
3.2.4.	Obertöne und Kombinationsschwingungen	144
3.2.5.	Ligandenaustausch im KBr-Preßling	144
3.2.6.	Ergebnisse	145
3.2.6.1.	Allgemeine Bemerkungen	145
3.2.6.2.	Korrelationsdiagramm für die Verbindungen $KCd(NCO)_3$ und $KHg(NCO)_3$	146
3.2.6.3.	Hg-N- Schwingungen	147
3.2.6.4.	Tabellen	148
4.	Experimenteller Teil	159
4.1.	Darstellung der Verbindungen	159
4.1.1.	$Zn(NCO)_2 \cdot 2(NH_2)CO$	159
4.1.2.	$Cd(NCO)_2 \cdot H_2O$	159
4.1.3.	$Cd(NCO)_2 \cdot 2H_2O$	160
4.1.4.	$Hg(NCO)_2$	160
4.1.5.	$KCd(NCO)_3$	161

		Seite
4.1.6.	$K_2Hg_3(NCO)_8$	161
4.1.7.	$KHg(NCO)_3$	162
4.1.8.	$Rb_2Hg_3(NCO)_8$	162
4.1.9.	$RbHg(NCO)_3$	163
4.1.10.	$Cs_2Hg_3(NCO)_8$	163
4.1.11.	α-$KCl \cdot Hg(NCO)_2$	164
4.1.12.	β-$KCl \cdot Hg(NCO)_2$	164
4.1.13.	$KOCN \cdot HgCl_2 \cdot H_2O$	165
4.1.14.	Darstellung der Alkalimetallpseudohalogenid - Quecksilbercyanid - Doppelsalze	166
4.2.	Analysenmethoden	168
4.3.	Dichtebestimmungen	168
4.4.	DTA- und TG-Messungen	169
4.5.	Aufnahme der Schwingungsspektren	169
4.6.	Röntgenographische Untersuchungen	169
4.6.1.	Pulveraufnahmen	169
4.6.2.	Einkristallaufnahmen	170
4.6.3.	Messungen am Diffraktometer	170
4.7.1	Durchführung der Berechnungen	171
5.	Tabellen	172
6.	ZUSAMMENFASSUNG	212
7.	Literaturverzeichnis	

1. Einleitung und Problemstellung

Strukturchemische Untersuchungen an Cyanatokomplexen, insbesondere des Cadmiums und Quecksilbers, standen im Vordergrund der vorliegenden Dissertation, da bekanntlich die Beschäftigung mit ternären Verbindungen für den an strukturellen Fragen interessierten Chemiker von besonderem Interesse ist.
Am Beispiel der Verbindungen $CaTiO_3$ und $CaCO_3$ kann bereits gezeigt werden, daß sich hier die Übergänge zwischen den verschiedenen Typen der chemischen Bindung besonders leicht erkennen lassen. Der Perowskit $CaTiO_3$ ist das typische Beispiel für die Gruppe der Doppeloxide, deren Strukturen durch Annahme von Ionenbindung und durch Angabe der Packungscharakteristik der Ionen Ca^{2+} und O^{2-} verstanden werden können.
Die Struktur der heterodesmischen Verbindung $CaCO_3$ leitet bereits von der Festkörperchemie zur Komplexchemie über, denn in der durch Ionenbindung stabilisierten dichten Packung liegen neben isolierten Kationen auch komplexe Anionen vor, deren Geometrie und Elektronenstruktur mit den, bevorzugt von Komplexchemikern verwendeten, Bindungskonzepten erklärt werden. Unterschiede in der Packung führen zur bekannten Polymorphie des $CaCO_3$. Die Energieunterschiede zwischen Calcit und Aragonit sind jedoch klein im Vergleich zur Energie der kovalenten Bindungen, denn

die Geometrie der CO_3^{2-}- Anionen ist in beiden Modifikationen nahezu identisch.

Da für den Aufbau einer Verbindung jedoch die Gesamtbilanz aller Wechselwirkungen entscheidend ist, können in anderen Fällen durch hohe Anteile an elektrostatischer Gitterenergie auch ungewöhnliche, sonst in der Komplexchemie unbekannte Komplexe durch Einbau in ein Kristallgitter stabilisiert werden.

Bei dem Übergang von den ternären Oxiden und Halogeniden zu ternären Pseudohalogenometallaten, wie z.B. in der Verbindung $KHg(NCO)_3$, werden die Verhältnisse noch komplizierter und entsprechend interessanter, da hier drei verschiedene Arten der Bindung miteinander konkurrieren. Einmal die starke kovalente Bindung innerhalb der Pseudohalogenidanionen NCO^- und dann deren Bindung an das Metall unter Bildung der komplexen Anionen. Hier liefern verhältnismäßig einfache Modelle (VB- Methode, MO- Betrachtung) bereits befriedigende Ergebnisse, die eine Interpretation der Schwingungsspektren erlauben.

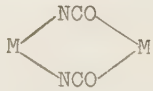
Viel weniger überschaubar ist das Problem der elektrostatischen Bindung zwischen den Kationen und diesen komplexen Anionen, da hier schon geringe Energiedifferenzen, z.B. durch Packungseffekte, eine Veränderung des strukturellen Aufbaus zur Folge haben.

Während für die meisten Übergangsmetalle Aussagen über die Koordination der Kationen auf Grund der vorliegenden Elektronenkonfiguration möglich sind - im wesentlichen werden nur tetraedrische und oktaedrische Anordnungen angetroffen - wurde bei den Kationen mit aufgefüllter d- Schale eine größere Vielfalt gefunden. Bei vergleichbarer Stöchiometrie wurden beispielsweise digonale, trigonal- planare, tetraedrische und oktaedrische Ligandenanordnungen gefunden. Daß hierbei zur eindeutigen Strukturbestimmung spektroskopische Methoden allein nicht ausreichen, zeigte sich z.B. bei der Untersuchung der Verbindung $KCd(NCO)_3$, für deren Aufbau spektroskopisch das Vorliegen von tetraedrisch konfigurierten $Cd_2(NCO)_6^{2-}$- Anionen vorhergesagt wurde, während in Wahrheit verbrückte oktaedrische Baugruppen vorliegen.
Die Elemente Zn, Cd und Hg weisen auch untereinander größere Unterschiede in ihrem chemischen Verhalten auf. So wird die Strukturchemie des Zinks von der Bevorzugung einer tetraedrischen Koordination geprägt, während Cadmium meist oktaedrisch von sechs Liganden umgeben ist. Die Chemie des Quecksilbers unterscheidet sich von der der leichteren Homologen durch Bildung des Hg_2^{2+}- Ions und durch die Möglichkeit, durch Beteiligung energetisch höher liegender Elektronenzustände, digonale Baugruppen mit $d_{z^2}s$- Hybridisierung zu bilden. So sind viele ternäre Verbindungen

des Quecksilbers als Doppelsalze aufzufassen (z.B. NH_4HgCl_3 und $K_2HgCl_4 \cdot H_2O$), denn in ihren Festkörperstrukturen liegen keine HgX_m^{n-}- Ionen, sondern isolierte HgX_2- Moleküle und A^+- bzw. X^-- Ionen vor. Mit sinkender Elektronegativität der Liganden kann jedoch die Koordinationssphäre erweitert werden und es bilden sich trigonal- planare und tetraedrisch konfigurierte Baugruppen ($Hg(SCN)_3^-$, $Hg(CN)_4^{2-}$). Eine Unterscheidung - Komplexverbindung oder Doppelsalz - ist oft bereits durch eine Betrachtung der Volumeninkremente der betreffenden Verbindungen möglich.

Eine Beschäftigung mit ternären Pseudohalogenometallaten bringt aber noch weitere Probleme mit sich. So ist bei den dreiatomigen Pseudohalogenidionen, abgesehen vom Azidion, mit dem Auftreten von Bindungsisomeren zu rechnen, und außerdem können diese Liganden in verschiedener Weise Brückenfunktionen übernehmen, wie z.B. in den Formeln I und II angegeben.

I



II

Ternäre Verbindungen der d^{10}- Elementionen mit Cyanid- und Thiocyanatgruppen sind weitgehend untersucht worden [1,2]. Erstere bilden relativ hochsymmetrische Anordnungen aus und ihre Strukturen sind mit denen der ternären Oxide oder Fluoride vergleichbar. Bei den letzteren können, auf Grund der unterschiedlichen Polarisierbarkeiten der endständigen Atome, nur noch mit Einschränkungen Vorhersagen über die Art der Bindung an Metallatome gemacht werden.

Bei Pseudohalogenometallaten des Zinks dominiert die Stöchiometrie A_2ZnX_4 mit tetraedrischer Koordination am Zink, die Thiocyanatgruppe ist dem PEARSON'schen[3] Konzept entsprechend über das N- Atom gebunden.

Bei Cyanocadmaten findet sich tetraedrische, bei Thiocyanatocadmaten oktaedrische Koordination.

Im Kristall findet man nebeneinander Cd-S und Cd-N- Bindungen, z.B. häufig als Cd-SCN-Cd- Brükken. In den Mercuraten werden tetraedrische, trigonal planare und diagonale Anordnungen ausgebildet, so daß schon geringe Einflüsse ein Umklappen des Bindungstyps bewirken können.

Cyanatometallate der Gruppe IIb-Elementionen sind, wie die binären Cyanate dieser Gruppe, wenig untersucht worden[4]. Der Hauptgrund hierfür ist in der raschen Hydrolyse des Cyanations in wäßrigen Lösungen zu sehen, und die damit verbundene schwierige Prä-

paration geeigneter Kristalle. Auch läßt sich über das Koordinationsverhalten der Cyanatgruppe wenig vorhersagen, da die endständigen Atome in ihrer Polarisierbarkeit vergleichbar sind.

Bei Zinkaten konnten nur Komplexe der Stöchiometrie $A_2Zn(NCO)_4$ ($A^+ = K^+, Rb^+, Cs^+, N(CH_3)_4^+$ und $N(C_2H_5)_4^+$) [5,9] gefunden werden, während diese Zusammensetzung bei Cadmium und Quecksilber nicht mehr ausgebildet wird. Diese Gründe sprechen für eine gesonderte Behandlung der Elemente Cd und Hg, wobei wegen des Auftretens von Verbindungen mit ungewöhnlicher Stöchiometrie, wie z.B. $K_2Hg_3(NCO)_8$ [6], ein Schwerpunkt in der Untersuchung des Hg(II)- Ions in Gegenwart von Cyanationen gesetzt wurde.

Bisher wurde nur gezeigt, daß die ausgebildeten Strukturen erheblich von der Art des Gegenions beeinflußt werden, denn mit zunehmendem Platzbedarf des Gegenkations steigt die Bereitschaft zur Ausbildung trigonaler Baugruppen. Somit bot sich an, am Beispiel der Pseudohalogenomercurate den Einfluß verschiedener strukturbestimmender Faktoren zu ermitteln. Cyanokomplexe erschienen hierfür besonders geeignet, da in Kristallstrukturen die Baugruppen $Hg(CN)_2$, $Hg(CN)_3^-$ und $Hg(CN)_4^{2-}$ gefunden wurden. Es sollte nun die Frage geklärt werden, ob durch andere, zusätzliche Anionen ein Einfluß auf die Bindung zwischen Hg(II) und CN^- in gemischten Cyanohalogenomercuraten ausgeübt werden kann.

2. Allgemeiner Teil

2.1. Literaturüberblick

Im Vergleich zu Cyano[1)]- und Thiocyanatokomplexen[2)] der d^{10}- Metallkationen Zn^{2+}, Cd^{2+} und Hg^{2+} sind Cyanatokomplexe dieser Elemente, wie Verbindungen des Cyanations überhaupt, nur wenig erforscht. Außer den Strukturuntersuchungen an Silbercyanat[7)] und dem Tetramethylammoniumdicyanatoargentat[8)] waren Schwermetallcyanatoverbindungen mehr Gegenstand von spektroskopischen Untersuchungen. Eine Übersicht dieser behandelten Verbindungen findet sich in einem Artikel von BAILEY und KOZAK[9)]. Zahlreicher sind die Arbeiten, in denen Cyanatgruppen neben anderen Liganden - meist organischen Stickstoffliganden - vorliegen[10-16)]. Bei einigen dieser Verbindungen, häufig mit Übergangsmetallen als Zentralion, liegen auch Röntgenstrukturuntersuchungen vor. Eine Übersicht der bis Ende 1976 ermittelten Strukturen gibt Tabelle 1. Selbst über binäre Cyanate der Gruppe IIb-Metallionen finden sich in der Literatur nur einige Angaben über ihre Darstellung[23)]; eingehendere Untersuchungen konnten wegen der geringen Stabilität der Verbindungen nicht durchgeführt werden.
RIPAN[24)] beschrieb als Erster die Darstellung einer Verbindung $KCd(NCO)_3$, die er neben Komplexen

Jahr	Verbindung	
1965	$AgNCO$	7
1970	$[(\eta^5\text{-}C_5H_5)Cr(NO)_2NCO]$	17
1971	$[(\eta^5\text{-}C_5H_5)Mo(PR_3)_2NCO]$ a)	18
1972	$[Cu(NCO)_2(2,4\text{-Lut})]$ b)	19
1973	$[M_2(Tren)_2(NCO)_2]\ (BR_4)_2$ a,c)	20,21
1974	$N(CH_3)_4Ag(NCO)_2$	8
1974	$[(\eta^5\text{-}C_5H_5)_2Ti(NCO)_2]$	22

a) R = C_6H_6; b) 2,4-Lut = 2,4-Lutidin
c) M = Ni^{2+}, Cu^{2+} ; Tren = 2,2',2''-Triamino-triethylamin

Tab.1 Kristallographisch untersuchte Cyanatokomplexe

mit Urotropin des Typs $M(urotr)_2(NCO)_2$ der Metalle Cadmium und Kupfer aus den wäßrigen Lösungen der entsprechenden Salze erhielt.

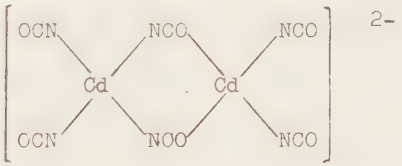
Die Analogie des Cyanations mit den Halogenidionen, die sich in der Bildung schwerlöslicher Doppelsalze einiger Schwermetallionen zeigt, erwähnt als erster SÖDERBÄCK [25].

Das System KNCO und Hg^{2+} wurde eingehend von BIRKENBACH [6] untersucht, der Additionsverbindungen von Quecksilbercyanat mit Kaliumacetat, Kaliumchlorid und Kaliumcyanat beschrieb. Er ermittelte die Stöchiometrie der Additionsverbindung von KNCO und $Hg(NCO)_2$ zu $3Hg(NCO)_2 \cdot 2KNCO$, was bestätigt werden konnte[5].

Es wird gleichzeitig die Darstellung der isomeren

Cyanato- bzw. Isocyanatoverbindungen erwähnt und die Isomerie auf chemischem Weg bewiesen.
Erste Strukturprognosen für die Verbindung $KCd(NCO)_3$ wurden von BURMEISTER und O'SULLIVAN [12] angegeben. Sie zeigten, daß im wäßrigen Medium nur die Tricyanatoverbindung darstellbar ist und schlossen auf Grund der Analogie des IR-Spektrums mit dem der Verbindung $\left[(n\text{-}C_4H_9)_4N\right]_2\left[Cd_2(NCSe)_6\right]$ auf das Vorliegen einer dimeren Baueinheit (III).

(III)



Analoge Brückenfunktionen der Cyanatgruppen werden von TSIVADZE [27] für das binäre Cadmiumcyanat diskutiert.
Gemischte Metallate von Halogeniden und Pseudohalogeniden sind in der Literatur zahlreich beschrieben. Besonders leicht sind Mercurate aus den binären Alkalimetall(pseudo)halogeniden und $Hg(CN)_2$ zugänglich.
Eine Übersicht der bisher beschriebenen Verbindungen gibt die Tabelle 13 auf Seite 91.
Gesicherte Strukturdaten sind jedoch nur bei einigen Halogenodicyanomercuraten bekannt, von denen bei der Verbindung $KI \cdot Hg(CN)_2$ [28] eine vollständige Röntgenstrukturanalyse durchgeführt wurde.

2.2. Bindungsverhältnisse und Isomerieerscheinungen bei Cyanaten

Das Cyanation NCO^- ist in seinen Verbindungen befähigt, Ligandenisomerie zu zeigen. Die über das O- Atom gebundenen Verbindungen sind der Nomenklatur entsprechend als Cyanate bzw. Cyanatokomplexe, die über das N- Atom gebundenen Verbindungen als Isocyanate bzw. Isocyanatokomplexe aufzufassen. Nach dem PEARSON'schen Konzept [3] lassen sich im Gegensatz zu den Thiocyanaten keine eindeutigen Voraussagen über die Art der Bindung an Metallatome machen, da das N- Atom und das O- Atom in der Polarisierbarkeit vergleichbar sind. Bei Thiocyanaten ist das N- Atom die härtere Base und deshalb werden mit weniger polarisierbaren Kationen Isothiocyanatokomplexe wie im $K_2Zn(NCS)_4 \cdot 4H_2O$ [29] gebildet, während mit leichter polarisierbaren Kationen, z.B. Hg^{2+}, Thiocyanatokomplexe gebildet werden [2]. Beim Cadmium, das eine Mittelstellung zwischen seinen Homologen einnimmt, werden beide Arten von Koordination beobachtet [2]. Für Thiocyanate und Selenocyanate finden sich in der Literatur auch einige quantitative Aussagen über die Polarisierbarkeit der endständigen Atome [30,31], die mit den Aussagen PEARSON's übereinstimmen. Sie sollten auf Grund einer Abschätzung des Anteils der Resonanzstrukturen ein analoges Koordinationsverhalten zeigen

wie Thiocyanationen [32,33].

$|N\equiv C-\underline{\bar{S}}|^-$ 71% $^-\underline{\bar{N}}=C=\underline{\bar{S}}$ 12% $^{--}|\underline{\bar{N}}-C\equiv S|^+$ 17%

$|N\equiv C-\underline{\bar{O}}|^-$ 75% $^-\underline{\bar{N}}=C=\underline{\bar{O}}$ 1% $^{--}|\underline{\bar{N}}-C\equiv O|^+$ 24%

Eine Betrachtung der relativen Ladungen am N- bzw. O- Atom zeigt hingegen [34], daß Cyanationen eine weit größere Tendenz besitzen sollten, über Stickstoff als über Sauerstoff zu koordinieren.

	Q_N	Q_C	Q_X
NCS^-	-0.4826	+0.1943	-0.7108
NCO^-	-0.7712	-0.0442	-0.1846

In der Tat sind die meisten der bisher beschriebenen Verbindungen der Cyanatgruppe über Stickstoff gebunden, während nur wenige echte Cyanatokomplexe beschrieben wurden [4,9]. Beim Quecksilbercyanat und bei den Kaliumcyanatomercuraten [6,10] wurde Ligandenisomerie angenommen, jedoch gibt es keine eindeutigen Beweise. Die Unterscheidung der isomeren Formen geschah durch spektroskopische Überlegungen; vereinzelt ließen sich im Massenspektrum der Verbindungen bzw. ihrer Zerfallsprodukte Metall- Sauerstoffragmente nachweisen [9]. Isomerenpaare konnten nur bei der Verbindung $Rh(PR_3)_3(NCO)$ [4] isoliert werden ($R = C_6H_5$). Einen Hinweis für die Koordination über das N- Atom sehen BALAHURA und JORDAN [35] im Endprodukt der sau-

ren Hydrolyse des Ions $[Cr(NH_3)_5NCO]^{2+}$ zum Hexamminkomplex $[Cr(NH_3)_6]^{3+}$, während der isomere Cyanatokomplex zum Pentamminoaquokomplex hydrolysieren sollte.

$$[Cr(NH_3)_5NCO]^{2+} \xrightarrow{H^+/H_2O} [Cr(NH_3)_6]^{3+}$$
$$[Cr(NH_3)_5OCN]^{2+} \xrightarrow{H^+/H_2O} [Cr(NH_3)_5(H_2O)]^{3+}$$

Den Mechanismus dieser säurekatalysierten Hydrolyse klärte FORD [36] durch kinetische Untersuchungen an Re(III)- und Ru(III)- Komplexen auf, wie in folgendem Schema dargestellt.

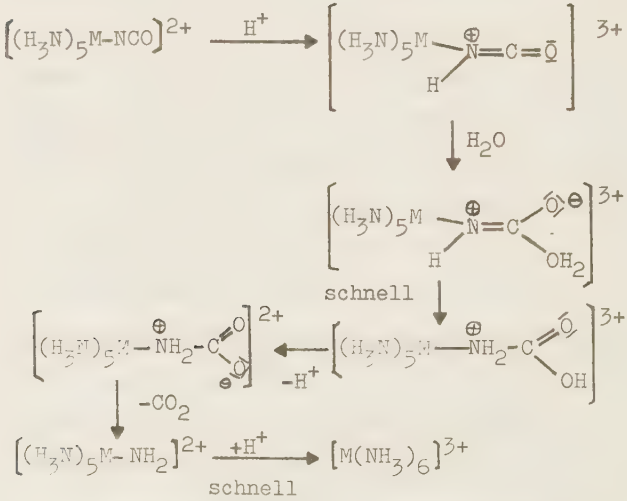
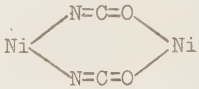
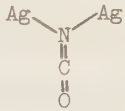


Abb.1 Reaktionsschema der säurekatalysierten Hydrolyse von Isocyanatokomplexen nach FORD [36]

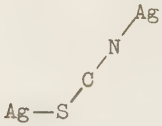
Auch die ^{14}N- NMR- Spektroskopie [37,38] kann zur Unterscheidung der N,X- Koordination der Pseudohalogenidgruppen NCX^- (X = O, S, Se) dienen. Eine Koordination über das N- Atom führt, gegenüber ionischem Cyanat, zu Verschiebungen der ^{14}N- Resonanz nach höherem Feld, eine Koordination über das X- Atom zu Verschiebungen nach tieferem Feld. So wurde bei der Verbindung $[As(C_6H_5)_4]_2[Mo_6Cl_8(OCN)_6]$ [39], die den $[Mo_6X_8]^{2-}$- Cluster enthält, für die vor den Flächen des Mo_6Cl_8- Würfels liegenden NCO- Gruppen eine Koordination über die O- Atome gefunden.
Eindeutige Zusammenhänge zwischen dem Typ des Metalls und der Art der Bindung der Cyanatgruppen können auf Grund des spärlichen Materials nicht erkannt werden. Im allgemeinen zeigt sich, daß O- gebundene Cyanatgruppen nur bei Metallkationen in hohen Oxidationsstufen (Zr(IV)[41], Pt(IV)[42], Re(IV), Re(VI) und Mo(III)[9]) diskutiert werden. Dies könnte darauf hindeuten, daß bei elektronenreichen Metallionen eine Ladungsübertragung Metall→Ligand in Form eines $d \rightarrow \pi^*$ Übergangs in die weitreichenden π^*-Orbitale am N- Atom bindungsverstärkend wirkt, wogegen bei geringer d- Elektronenbesetzung eine zusätzliche Überlappung von vollen π- Molekülorbitalen in leere d- Zustände des Metalls eintreten kann.
Daß die Cyanatgruppe sowohl über das N- als auch über das O- Atom koordinieren kann, zeigt sich in den

Strukturen der Verbindungen $\left[M_2(Tren)_2(NCO)_2\right]\left[B(C_6H_5)_4\right]_2$ ($M = Ni^{2+}$ und Cu^{2+}), in denen die Cyanatogruppe nach Formulierung (IV) als Brückenligand vorliegt [20,21].

(IV) 

(V) 

Bemerkenswert ist hier die antiferromagnetische Kopplung über die NCO- Brücke, im Gegensatz zu den ferromagnetischen Kopplungen in den entsprechenden Thiocyanato- und Selenocyanatokomplexen [22]. In der Struktur des Silbercyanates [7] bildet nur das N- Atom zweizähnige Brücken (V) zu den Metallatomen aus. Am Beispiel der Verbindungen AgNCO und AgSCN [40] zeigt sich ein deutlicher Unterschied in der Strukturchemie der **Cyanat- bzw. der Thiocyanatgruppe (IV).**

(VI) 

2.3. Der Einfluß der Gegenionen

Stöchiometrie, Koordination und Art der Polyederverknüpfung sind bei ternären, anionischen Komplexen, bei gegebenem Ligand und gegebenem stöchiometrischem Verhältnis, von der Ladung und der Größe (oft auch Geometrie) des Gegenions abhängig. Da bei d^{10}- Ionen die durch die d- Elektronenkonfiguration des Metalls stabilisierenden Effekte ausscheiden, ist vorwiegend die Gitterenergie das entscheidende Kriterium für die Ausbildung der Stöchiometrie, Koordination und der Polyederverknüpfung der gebildeten Komplexverbindung im festen Zustand. Bei vorgegebener Konzentration des Liganden X finden sich daher in Abhängigkeit vom Gegenion A unterschiedliche Stöchiometrien A_nBX_m, oder, noch öfters beobachtet, bei gegebener Zusammensetzung z.B. ABX_3, unterschiedliche Koordination bzw. unterschiedliche Polyederverknüpfung (z.B. α-NH_4HgCl_3 [43] und β-NH_4HgCl_3 [44]).

Es zeigt sich, daß das PEARSON'sche Konzept [3] nicht nur auf das System Zentralion- Ligand, sondern auch auf das System Komplexion- Gegenion anzuwenden ist [45]. Bei binären Verbindungen ist, bei gegebenen Ladungen und Zusammensetzungen, die Kombination kleines Kation + kleines Anion bzw. großes Kation + großes Anion besonders stabil. So ist die folgende Reaktion exotherm

$$LiI + CsF \longrightarrow LiF + CsI$$

(ΔH = 43 kcal mol^{-1}), was eine Betrachtung der Elektronegativitätsdifferenzen nicht erwarten läßt. Für Komplexverbindungen gilt gleiches. So kann beispielsweise das in wäßrigen Lösungen selbst bei hohen Cl^-- Konzentrationen nur in geringen Mengen vorhandene Ion $CuCl_5^{3-}$ durch ein gleichgroßes, entgegengesetzt geladenes Kation, wie das $Cr(NH_3)_6^{3+}$-Ion, wegen der Gitterenergie der gebildeten Verbindung isoliert werden [46]. Entsprechendes gelingt bei den Chloromercuraten, wo ebenfalls die Verbindung $[Cr(NH_3)_6]HgCl_5$ [47] gebildet wird. Daß die Geometrie des Gegenions ebenfalls eine Rolle spielt, wird dadurch deutlich, indem das große, aber nicht mehr kugelförmige Kation $[dienH_3]^{3+}$ (dien = $H_2N-C_2H_4-NH-C_2H_4-NH_2$) zwar eine Verbindung der Stöchiometrie $[dienH_3]CuCl_5$ ausbildet, welche aber als Doppelsalz $[dienH_3]^{3+} \cdot Cl^- \cdot CuCl_4^{2-}$ [48] aufzufassen ist. Bei den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Alkalimetallcyanatometallaten sind wegen der Größe der Gegenionen höchstens bei den Cäsiumsalzen isolierte Baugruppen BX_3^- zu erwarten, wie sie auch bei den entsprechenden Cyano- und Thiocyanatokomplexen $CsHg(CN)_3$ [1] und $CsHg(SCN)_3$ [2] gefunden wurden.

2.4. Mögliche Strukturen der Alkalimetallcyanatometallate

Im Vergleich zu Cyano- und Thiocyanatoverbindungen nehmen Cyanatoverbindungen in strukturchemischer Hinsicht eine Mittelstellung ein. Während bei Cyanokomplexen und binären Cyaniden recht hochsymmetrische Anordnungen gefunden werden [1,49,50], die Festkörperstrukturen sind mit denen der Oxide oder Fluoride vergleichbar, finden sich bei Thiocyanatoverbindungen, bedingt durch die unterschiedliche Größe der Gruppenbausteine, nur niedrigsymmetrische Strukturen, vergleichbar mit Jodiden oder Sulfiden. Eine Betrachtung der binären Alkalimetallcyanate (Tab. 2) würde für Cyanatoverbindungen höhersymmetrische Anordnungen erwarten lassen.

NH_4Cl	P m 3 m	CsCl- Anordnung
NH_4CN	P 4/m c m	verzerrt. CsCl- Typ
NH_4NCO	I 4/m c m	verzerrt. CsCl- Typ
		(KHF_2 - Typ)
NH_4SCN	P 2_1/c	Schichtengitter

Tab.2 Strukturen der binären Ammoniumpseudohalogenide und -halogenide.

Die Nichtexistenz hochsymmetrischer Strukturen mit tetraedrischer Koordination des Typs A_2BX_4 (B = Cd^{2+} und Hg^{2+}) [5] kann aber auf eine Mittelstellung der Cyanat-

gruppe hindeuten. Für die zu erwartenden Strukturen müssen Analogien bei den entsprechenden Chloriden oder Chlorokomplexen gesucht werden. In der Tat lassen die Gitterparameter der Verbindung $KCd(NCO)_3$ [5] eine Isotypie zu $KCdCl_3$ vermuten.
Charakteristisch in der Chemie der Chlorometallate der Elemente Cadmium und Quecksilber mit Alkalimetallen als Gegenion ist die Ausbildung oktaedrischer bzw. verzerrt oktaedrischer Koordination. und das Auftreten der Stöchiometrie ABX_3 [51].
Selbst bei der Verbindung $K_2HgCl_4 \cdot H_2O$ [52] liegt oktaedrische Koordination des Quecksilbers und zwangsläufig eine Polyederverknüpfung vor.

2.5. Elektronenstruktur der d^{10}- Kationen

Das Hg(II)- Ion unterscheidet sich von seinen Homologen Zn(II) und Cd(II) in der Ausbildung divalenter Anordnungen mit wesentlich stärker kovalenten Binddungen, wie sie bei kovalenten tetraedrischen Verbindungen des Zinks und des Cadmiums angetroffen werden. Zwei Modelle versuchen dieses Phänomen anschaulich zu machen[53,54]. Bei formal zweifach positiviertem Quecksilber (Konfiguration $5d^{10}$) ist im Gegensatz zu Zn^{2+} und Cd^{2+} (siehe Abb. 1) unter relativ geringem Energieaufwand (5,3 eV) eine Beteiligung des 6s- Niveaus für die Bindung möglich.

Durch den Übergang $5d^{10} \rightarrow 5d^{9}6s^{1}$ ist eine Hybridisierung nach ($5d_{z}2$-6s) möglich (Abb.2).

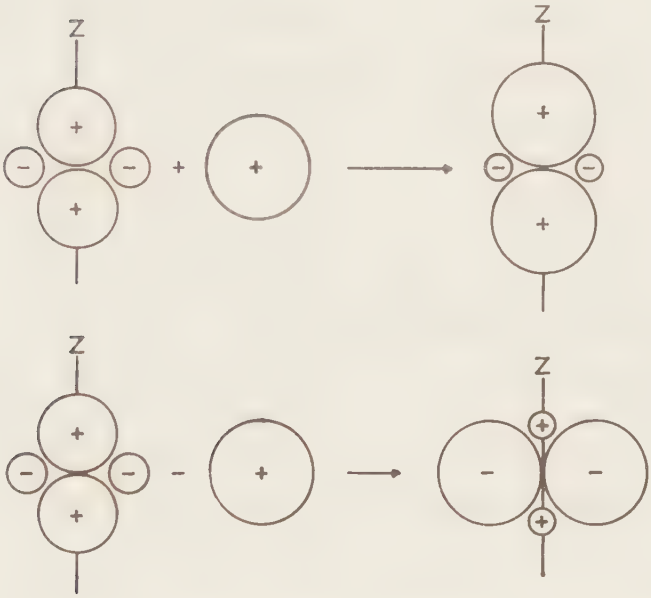


Abb.2 Bildung und Gestalt der $d_{z}2$-s Hybridorbitale

Das Ausmaß der Hybridisierung ist von der Art der Liganden abhängig. Bei elektronegativen, starken Donatoren (z.B. $HgCl_2$) ist dieses Ausmaß beträchtlich und das lineare System hat nur noch eine geringe Affinität zu einer zusätzlichen Koordination in der äquatorialen xy- Ebene. Bei weniger elektronegativen, starken Donatoren hingegen, wird der LEWIS- Säure-Charakter der dimeren HgX_2- Einheiten deutlich (z.B. $HgBr_2$) [55].

Nach NYHOLM [54] werden bei starken Donatoren, mit folglich weniger positiviertem Quecksilber, formal Hg^+ mit Konfiguration $5d^{10}\ 6s^1$, die Ausbildung linearer Hybridsysteme diskutiert. Wegen der energetisch hohen Lage der 6p- Funktionen kommt es, im Gegensatz zu Zink und Cadmium, unter Verwendung nur eines energetisch höher liegenden p- Zustandes nur zur Ausbildung eines linearen sp- Hybrides.

Beide Konzeptionen haben ihre Vorteile für die Interpretation der Strukturdaten und der Reaktivität.

Die Anschauung von DUNITZ und ORGEL [53] erklärt die geringe Neigung zur zusätzlichen Koordination der HgX_2-Moleküle recht gut, erfordert aber eine Beteiligung der stabilen d^{10}- Schale. Außerdem ist für die Erklärung der Ausbildung von HgX_3^-- und HgX_4^{2-}- Baugruppen die Beteiligung der d^{10}- Schale nicht notwendig.

Der Ansatz von NYHOLM [54] umgeht diese Schwierigkeiten und muß deshalb gegenüber der älteren Betrachtungsweise von DUNITZ und ORGEL [53] bevorzugt werden.

2.6. Problematik Komplexverbindung - Doppelsalz

Viele ternäre Hg- Salze der Stöchiometrie $AHgX_3$ bzw. A_2HgX_4 sind, wegen des vorher diskutierten Bestrebens des Hg^{2+}- Ions nach digonaler Koordination, als Doppelsalze aufzufassen, da in ihren Festkörperstrukturen die Baueinheiten der binären Ausgangsverbindungen HgX_2 neben A^+- und X^-- Ionen gefunden werden. Daneben werden, abhängig vom Gegenion A^+ bzw. vom Ligand X^-, auch echte Komplexverbindungen ausgebildet, in denen Komplexanionen HgX_m^{n-} oder verknüpfte Polyeder mit vergleichbaren Bindungsabständen Hg-X vorliegen. Ein erstes Unterscheidungskriterium kann eine Dichtebestimmung liefern, d.h. eine Betrachtung des Molvolumens einer unbekannten Struktur in Relation zu den Molvolumina der binären Ausgangsverbindungen [56].

Während das Molvolumen einer Komplexverbindung, wegen der voluminösen Anionen BX_m^{n-}, in der Regel größer als die Summe der Molvolumina der Ausgangskomponenten ist, findet man bei Doppelsalzen ein additives Verhalten, oder bei günstiger räumlicher Anordnung auch eine deutliche Volumenverringerung. Bei räumlich günstiger Anordnung komplexer Anionen, oder bei den beim Hg^{2+}- Ion beobachtbaren fließenden Übergängen zwischen charakteristischer und effektiver Koordi-

nation [51], gibt es allerdings auch Grenzfälle dieser Betrachtungsweise. Folgende Tabelle einiger ausgewählter Doppelsalze und Komplexverbindungen des Quecksilbers sollen die angesprochene Problematik verdeutlichen.

Verbindung	V_{mol}	$\Sigma V_{i\ mol}$	%	Struktur	Lit.
$K_2Hg(CN)_4$	262.5	233.4	+12%	$Hg(CN)_4^{2-}$ - Ionen	57
$K_2HgCl_4 \cdot H_2O$	215.0	236.8	-9.2%	Doppelsalz $HgCl_2 \cdot KCl \cdot H_2O$	52
$Tl_2Hg(CN)_4$	251.1	214.6	+17%	$Hg(CN)_4^{2-}$ - Ionen	1
$Rb_2Hg(CN)_4$	278.1	261.7	+6.3%	unbekannt, kein Doppelsalz!	1
NH_4HgCl_3	139.4	140.1	-0.5%	Doppelsalz $HgCl_2 \cdot NH_4Cl$	43
$CsHgCl_3$	192.1	152.2	+26.2%	verzerrter Perowskit?	49,50
$KHg(CN)_2I$	173.0	191.3	-9.5%	Doppelsalz $Hg(CN)_2 \cdot KI$	28
$KHg(CN)_2NCO$	160.?	167.0	-3.8%	unbekannt, Doppelsalz	siehe Kap. 3.1.11.

Tab.3 Betrachtung der Molvolumina einiger ausgewählter Doppelsalze und Komplexverbindungen des Quecksilbers (Werte von V_{mol} in $pm^3 \cdot 10^6$/ Formeleinheit).

2.7. Untersuchung von hydratisierten Phasen

Charakteristisch für die Strukturchemie des Hg^{2+} - Ions ist die Bildung einiger kristallwasserhaltiger Verbindungen, die isostrukturell mit den entsprechenden wasserfreien Verbindungen sind, wie z.B. die Verbindungen $NaHgCl_3 \cdot 2H_2O$ [58] und $NaHgCl_3$ [59] bzw. $NH_4HgCl_3 \cdot H_2O$ [60] und NH_4HgCl_3 [44]. Bei den meisten Hydraten anderer Metallkationen liegen, bei hohem Kristallwassergehalt, stets vollständig hydratisierte Metallionen vor (z.B. $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ [61]) oder die Wassermoleküle treten bei niedrigem Kristallwassergehalt in Konkurrenz zu den Anionen und sind Bestandteil der Koordinationssphäre des Kations (z.B. $KZnCl_3 \cdot 2H_2O$ oder $KZnBr_3 \cdot 2H_2O$ [62,63]), teils findet sich auch Polyederverknüpfung der vollständig hydratisierten Kationen ($LiClO_4 \cdot 3H_2O$ [64]).

Bei Quecksilber wird dies nur bei Verbindungen mit schwachen O- Donatoren angetroffen ($HgSO_4 \cdot H_2O$ [65]). Bei Gegenwart von Halogenid bzw. Pseudohalogenidionen sind die Wassermoleküle stets Bestandteil der Koordinationssphäre des Gegenions, und der Aufbau und die Polyederverknüpfung der Struktur geschieht oft unabhängig, ob es sich um hydratisierte oder wasserfreie Phasen handelt. Bei den isotypen Verbindungen $NaHgCl_3$ und NH_4HgCl_3 ist bei dem kettenartigen

Aufbau $^{1}_{\infty}\left[HgCl_{3/3}Cl_{2/2}Cl\right]$ durchaus denkbar, daß der Zusammenhalt sowohl über hydratisierte, als auch über isolierte Alkalimetallkationen erfolgt.
Eine Untersuchung von kristallwasserhaltigen Phasen ist weiterhin von Interesse, da mit den verbesserten Meßmethoden es heute durchaus möglich ist, H- Atome zu lokalisieren, wie in einigen neueren Arbeiten z.B. $\left[Co(py)_4(SCNI_2)_2\right]$[66] oder $\left[(C_5H_5N)_2PtI_6\right]$[67] gezeigt wurde. Durch eine Lokalisierung der H- Atome sind Informationen über die Ausbildung von H- Brückenbindungen oder über die Orientierung der einsamen Elektronenpaare des O- Atomes möglich, die zum Verständnis des strukturellen Zusammenhaltes solcher hydratisierten Verbindungen förderlich sind.

3. Spezieller Teil

3.1. Präparative und röntgenographische Untersuchungen

3.1.1. Allgemeines

Für die Darstellung von Cyanatokomplexen kann ein allgemeiner Syntheseweg, wie für die Darstellung der später behandelten Pseudohalogenodicyanomercurate, nicht angegeben werden, da insbesondere bei den Cyanatomercuraten Änderungen der speziellen Reaktionsbedingungen, wie etwa Wahl des Lösungsmittels, oft zu stöchiometrisch anders zusammengesetzten Produkten führt. Hierbei wurde neben der Identifizierung und Strukturaufklärung der einzelnen Verbindungen besonderer Wert auf die Bestimmung der Reaktionsbedingungen gelegt.

3.1.2. Allgemeine Darstellungsmethoden für Cyanatometallate

Generell sind folgende Darstellungsmethoden möglich:

a. Umsetzung von binären, halogenfreien Salzen der betreffenden Metalle mit Alkalicyanat in Lösung. Dieser Weg ist allgemein anwendbar, wenn der gewünschte Cyanatokomplex in dem verwendeten Lö-

sungsmittel unlöslich ist. Dies ist bei den Kaliumcyanatocadmaten und -mercuraten der Fall, deren Darstellung auf diesem Weg in der Literatur beschrieben wurde [6,24].

b. Direkte Darstellung aus den binären Cyanaten.
Während die binären Cyanate der Gruppe IIb-Elemente im festen Zustand recht instabil sind, eignen sich bei Cd(II) und Hg(II) die methanolischen Lösungen der Cyanate, dargestellt aus den entsprechenden Chloriden durch Umsetzung mit Silbercyanat, gut zur Synthese der gewünschten Komplexe. Nach Abziehen des Lösungsmittels sind die binären Cyanate nur begrenzt haltbar, so daß es notwendig wird, für weitere Synthese immer frisch dargestellte Lösungen zu verwenden.

c. Umsetzung von Halogenokomplexen mit AgNCO.
Dieser Syntheseweg wurde für die Darstellung einiger Tetraalkylammoniumsalze von Tetracyanatozinkaten beschrieben [68]. Die Anwendung auf Halogenocadmate und -mecurate ist, wegen der Stabilität der Halogenokomplexe, jedoch begrenzt. Umsetzungen mit AgNCO verlaufen stets unvollständig und liefern teils nur gemischte oder unvollständig umgesetzte Produkte.

3.1.3. Darstellung gemischter Pseudohalogenodicyanomercurate

Die Darstellung der Pseudohalogenodicyanomercurate gelingt glatt, ausgehend von den binären Alkalimetallpseudohalogeniden und $Hg(CN)_2$ im stöchiometrischen Verhältnis. Wegen der Stabilität der Verbindungen lassen sich diese auch aus den Alkalimetallcyaniden und den entsprechenden Quecksilberpseudohalogeniden darstellen. Die Verbindungen kristallisieren aus übersättigten Lösungen aus; die erhaltenen Kristalle konnten in allen Fällen ohne spezielle Präparation für röntgenographische Untersuchungen verwendet werden.

3.1.4. Kristallzüchtung von Cyanatometallaten

Wegen der thermischen Unbeständigkeit der Cyanate und ihrer raschen Hydrolyse in wässrigen Lösungen scheiden die gängigen Kristallzüchtungsverfahren aus. Da die Stabilität und die Löslichkeiten der einzelnen Verbindungen stark variieren, können keine allgemeinen Methoden angegeben werden. Für jede Verbindung mußte ein ihren charakteristischen Eigenschaften angepasstes Verfahren entwickelt werden, wobei bei den Cyanatomercuraten eine Züchtung kompakter Kristalle zur

Präparation kugelförmiger Kristallproben nicht gelang.

3.1.5. Alkalimetallcyanate

Die Alkalimetallcyanate sind weitgehend bekannt, NaNCO und KNCO sind im Handel erhältlich, RbNCO und CsNCO können durch Schmelzreaktion der Carbonate mit Harnstoff oder durch Reaktion der Halogenide mit AgNCO in Methanol bzw. Methanol- Wasser- Gemischen dargestellt werden. Ihre strukturchemischen Daten sind in der folgenden Tabelle 4 zusammengefaßt.

Verbindung	MG	Raumgruppe	Gitterkonst.	Lit.
LiNCO	48,94	(Eigenschaften nicht bekannt)		69,99,101
NaNCO	65,01	R 3m	a = 348,5pm c = 1511pm	70
KNCO	81,12	I 4/mcm	a = 604,2pm b = 703,6pm	71
RbNCO	127,49	I 4/mcm	a = 624,8pm b = 748,6pm	70
CsNCO	147,92	I 4/mcm	a = 656pm b = 791pm	70

Tab.4 Kristallographische Daten der Alkalimetallcyanate

Die Stabilität der Alkalimetallcyanate nimmt mit wachsendem Radius des Alkalimetallions zu. In wäßriger Lösung reagieren die ionischen Cyanate, wegen der Hydrolyse stark alkalisch (NaNCO: pH 14, KNCO pH 10), was die Darstellung von Cyanatomercuraten erschwert. NaNCO zersetzt sich im festen Zustand und ist deshalb nur in technischer Qualität zu bekommen. Durch Säuren wird freie Cyansäure freigesetzt , die sich in wäßriger Lösung augenblicklich zu NH_4^+ und CO_3^{2-} zersetzt (pKs = 3,92). Auch wird bei der Hydrolyse von Cyanaten die Bildung von Harnstoff beschrieben [72].

$$4\ KNCO + 6\ H_2O \longrightarrow 2\ K_2CO_3 + (NH_4)_2CO_3 + CO(NH_2)_2$$

Wegen der Unbeständigkeit von LiNCO und NaNCO wurde von einer Verwendung dieser Salze abgesehen.

3.1.6. Cyanate der d^{10}- Metallionen

AgNCO

Das schwerlösliche AgNCO ($L = 2{,}3 \cdot 10^{-7}$) kann aus $AgNO_3$-Lösungen durch Fällung mit KNCO dargestellt werden. Es ist sowohl in H_2O als auch in organischen Lösungsmitteln, wie CH_3OH oder $(CH_3)_2CO$, weit besser löslich, als die Silberhalogenide und eignet sich so zur Darstellung von Cyanatoverbindungen, durch Umsetzung mit den entsprechenden Halogeniden bzw. Halogenokomplexen. Die Struktur des AgNCO wurde von D.BRITTON [7] aufgeklärt, eine Baueinheit daraus zeigt die Skizze **(V) auf Seite 14.**

AgNCO	Raumgruppe	$P\,2_1/m$
	Gitterkonstanten	$a = 547{,}3$ pm
		$b = 637{,}2$ pm
		$c = 341{,}2$ pm
		$\beta = 91^\circ$

$Zn(NCO)_2$

Zinkcyanat kann durch Erhitzen von ZnO mit Harnstoff dargestellt werden [73].

ZnO löst sich in einer Harnstoffschmelze bei ca. 150°, wobei die fortlaufende Zersetzung des überschüssigen Harnstoffs bei einem bestimmten Konzentrationsverhältnis stoppt (erkennbar an der Beendigung der Gasentwicklung). Die Zusammensetzung dieser beim Abkühlen glasartig erstarrten Schmelze konnte zu $Zn(NCO)_2 \cdot 2(NH_2)_2CO$

ermittelt werden. Die Verbindung ist röntgenamorph und zersetzt sich an feuchter Luft. Durch Reaktion mit NH_3 bzw. organ. Basen findet ein Austausch der Harnstoffliganden statt.

$$Zn(NCO)_2 \cdot 2(NH_2)_2CO + 2L \longrightarrow Zn(NCO)_2 \cdot 2L + 2(NH_2)_2CO$$

$$L = NH_3, C_5H_5N$$

Diese Addukte sind in der Literatur weitgehend beschrieben [75].

<u>$Cd(NCO)_2$</u>

Eine Reaktion von CdO bzw. $CdCO_3$ mit Harnstoff [73] führt hier zu uneinheitlichen Produkten, aus denen eine definierte Verbindung nicht isoliert werden konnte.

Auch die von SÖDERBÄCK [25] beschriebene Methode einer Umsetzung von $CdSO_4$ mit $Ba(NCO)_2$ in H_2O ergibt, wegen der raschen Hydrolyse des Cyanations in wäßrigem Medium, stark mit Hydrolysenprodukten verunreinigte Produkte.

Am zweckmäßigsten erwies sich die Umsetzung von Cadmiumhalogeniden mit AgNCO in Methanol, wobei je nach Reaktionsbedingungen verschieden hydratisierte Produkte erhalten wurden. In käuflichem 95% Methanol wurde durch Ausfällen mit C_6H_6 bzw. $CHCl_3$ eine einkristalline Verbindung der Zusammensetzung $Cd(NCO)_2 \cdot H_2O$ erhalten, die an der Luft instabil ist und in eine

wasserreichere Verbindung der Zusammensetzung $Cd(NCO)_2 \cdot 2\ H_2O$ übergeht, die auch beim Verdunsten des Lösungsmittels erhalten werden kann. Diese Stöchiometrie wurde auch von anderen Autoren gefunden [26]. Beide Verbindungen konnten röntgenographisch nicht näher untersucht werden. Durch Umsetzung in wasserfreien Lösungsmitteln konnten nur ölige Produkte erhalten werden, die beim Behandeln mit H_2O in das letztere Dihydrat übergehen.

<u>$Hg(NCO)_2$</u>

Quecksilber(II)-isocyanat stellt man am besten durch Umsetzung von $HgCl_2$ mit AgNCO in CH_3OH dar, denn alle weiteren in der Literatur beschriebenen Darstellungen [25,71] ergeben nur stark verunreinigte Produkte. Die Verbindung ist feuchtigkeits- und lichtempfindlich. Die klaren Kristallnadeln sind stets verzwillingt und zersetzen sich im Röntgenlicht. Durch Drehkristall- und Weissenbergaufnahmen konnten folgende Gitterparameter bestimmt werden.

<u>$Hg(NCO)_2$</u> Raumgruppe $P\ 2_1/m$

Gitterkonstanten a = 555 pm
b = 978 pm
c = 381 pm
β = 96°

Volumen: $206 \cdot 10^6$ pm^3;

Dichte: 4,54 g/cm^3 für Z = 2 ;

3.1.7. Untersuchungen an Kaliumcyanatocadmaten

Über den Aufbau der von R.RIPAN [25] erstmalig dargestellten Verbindung $KCd(NCO)_3$, herrschte lange Zeit Unklarheit. BURMEISTER und SULLIVAN [12], die zeigten, daß in wäßrigem Medium nur der Trikomplex darstellbar ist, schlossen auf Grund der Analogie des IR- Spektrums mit dem der Verbindung $[(n\text{-}C_4H_9)_4N]_2[Cd_2(NCSe)_6]$ auf das Vorliegen tetraedrisch koordinierter, dimerer Baueinheiten, schlossen aber den Aufbau aus verknüpften Oktaedern ebenfalls nicht aus. Die IR- Spektren und Leitfähigkeitsmessungen konnten keine eindeutigen Beweise liefern. Auch TSIVADZE [27] erkannte das Vorliegen endständiger und verbrückender Cyanatgruppen, die in Übereinstimmung mit den obigen Autoren über N- gebunden anzusehen seien.

Präparatives

Die Verbindung $KCd(NCO)_3$ fällt als farbloser, schwerlöslicher Niederschlag aus wäßrigen Cd- Salzlösungen mit KNCO- Lösung. In H_2O ist bei Variation der Konzentrationsverhältnisse keine weitere Verbindung anderer Stöchiometrie darstellbar. Auch in organischen Lösungsmitteln konnte durch Reaktion von $Cd(NCO)_2$-Lösungen mit KNCO im Verhältnis 1:2 keine definierte Verbindung der Stöchiometrie "$K_2Cd(NCO)_4$" dargestellt

werden. Die nach Abziehen des Lösungsmittels erhaltenen feinkristallinen Produkte erwiesen sich, laut Analyse des Pulverdiagrammes, als Gemische der Ausgangskomponenten mit teilweise gebildetem $KCd(NCO)_3$. Der Trikomplex ließ sich in organischen Lösungsmitteln nicht umkristallisieren. Röntgenographisch verwendbare Kristalle dieser Verbindung konnten durch vorsichtiges Überschichten von Cd- Salzlösungen, z.B. $Cd(CH_3COO)_2$ in Methanol, mit wäßrigen Lösungen von KNCO erhalten werden. Bei diesem Verfahren kristallisiert die Verbindung $KCd(NCO)_3$ in farblosen, langgestreckten Kristallprismen aus. Die Verbindung zersetzt sich an feuchter Luft und durch Mineralsäuren.

Röntgenographische Charakterisierung

DE-JONG- und PRECESSION-Aufnahmen eines Kristallprismas, gedreht um die Achse des bevorzugten Wachstums, ergaben folgende Gitterparameter.

$KCd(NCO)_3$

Formelgewicht:	277,5
Habitus:	langgestreckte Kristallprismen, Wachstumsrichtung [010]
Raumgruppe:	P nma - D_{2h}^{16} (Nr.62 der Int.Tab.)

Verfeinerte Gitterkonstanten aus Diffraktometer-

daten: $a = 999{,}3(1)$ pm
$b = 367{,}2(1)$ pm
$c = 1833{,}6(7)$ pm

Volumen: $672 \cdot 10^6$ pm^3

Formeleinheiten: 4

Dichten: $d_{pyk} = 2{,}65$ g/cm^3;
$d_{rö} = 2{,}74$ g/cm^3;

Erstellung eines Datensatzes

Zur Messung am Einkristalldiffraktometer wurde aus einem dickeren Kristallprisma eine Kugel mit dem Durchmesser $R = 7{,}5 \cdot 10^{-3}$ cm geschliffen. Mit dem linearen Massenschwächungskoeffizienten $\mu = 40$ cm^{-1} wurden Absorptionsfaktoren zwischen 1,55 (für $\vartheta = 0^\circ$) und 1,543 (für $\vartheta = 35^\circ$) berechnet, so daß auf eine Absorptionskorrektur verzichtet wurde (Fehler $\leq 1\%$).
Insgesamt wurden 2713 Reflexe im Bereich $0^\circ \leq \vartheta \leq 36^\circ$ am automatischen Einkristalldiffraktometer (Typ Y 290 der Fa. HILGER&WATTS) mit Mo-K_α- Strahlung (Graphitmonochromator) gemessen, so daß nach der Mittelung 1306 unabhängige Reflexe, davon 1235 größer 3σ, für die Strukturbestimmung zur Verfügung standen.

Modellfindung und Strukturverfeinerung

Zur Strukturaufklärung wurden alle 1306 Reflexe herangezogen, eine Korrektur des Datensatzes wurde nicht vorgenommen.
Sowohl die rechnerische als auch die graphische Auswertung des PATTERSON- Bildes ergab zwei Schweratommodelle (Lage 4c der RG P nma), von denen eines durch LEAST-SQUARES- Rechnungen einen R- Wert von 20% erbrachte. Durch FOURIER- Methoden konnten die Lagen aller Atome gefunden werden, mit denen anisotrope LEAST-SQUARES- Rechnungen bei einem R- Wert von 3,5% konvergierten. Die Tabelle 5 enthält die endgültigen Atomkoordinaten und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren, Tabelle 7 gibt die wichtigsten interatomaren Bindungsabstände wieder.

Diskussion

In der Struktur der Verbindung $KCd(NCO)_3$ ist Cadmium verzerrt oktaedrisch von sechs N- Atomen der Cyanatgruppen umgeben, wobei die Abstände d(Cd-N) zwischen 224 pm und 247 pm liegen. Der Aufbau des Gitters erfolgt isotyp zu der Verbindung $KCdCl_3$, durch Ausbildung von $^1_\infty[Cd(NCO)_{3/3}(NCO)_{2/2}(NCO)]$ -Oktaederdoppelketten längs [010] -Richtung. Abbildung 3 zeigt eine Projektion der Zelle auf die [010]-Ebene, wobei alle Atome auf Spiegelebenen in den Höhen y = 1/4 bzw. 3/4 zu liegen kommen.

Atom	x y z	β_{11} β_{12} β_{13}	β_{22} β_{23}	β_{33}
K	0,0699(1) 0,25 0,66442(8)	0,0063(1) 0 0,00018(5)	0,0378(8) 0	0,00188(4)
Cd	0,13667(4) 0,25 0,04420(2)	0,00433(5) 0 0,00014(1)	0,0294(3) 0	0,00137(1)
C_1	0,1471(5) 0,25 0,2111(4)	0,0056(5) 0 0,0004(2)	0,041(4) 0	0,0018(2)
C_2	0,1389(5) 0,25 0,4709(3)	0,0047(5) 0 0,0001(1)	0,032(3) 0	0,0012(1)
C_3	0,5881(7) 0,25 0,6230(4)	0,0066(6) 0 0,0006(2)	0,071(6) 0	0,0020(2)
N_1	0,2140(5) 0,25 0,1587(3)	0,0048(3) 0 0,0006(2)	0,046(3) 0	0,0021(1)
N_2	0,2331(5) 0,25 0,5104(3)	0,0054(4) 0 0,0012(2)	0,038(3) 0	0,0021(1)
N_3	0,0219(5) 0,25 0,9314(3)	0,0055(4) 0 0,0003(2)	0,041(3) 0	0,0022(1)
O_1	0,0840(9) 0,25 0,2666(4)	0,0129(9) 0 0,0034(4)	0,084(5) 0	0,0035(2)
O_2	0,0354(6) 0,25 0,4321(3)	0,0092(6) 0 0,0015(2)	0,071(4) 0	0,0018(1)
O_3	0,1458(8) 0,25 0,8197(5)	0,018(1) 0 0,0023(4)	0,17(1) 0	0,0019(2)

Tab.5 Atomkoordinaten und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren (Standardabweichungen in Klammern. Der Temperaturfaktor ist gegeben durch den Ausdruck $T = \exp -(h^2\beta_{11}+k^2\beta_{22}+l^2\beta_{33}+2hk\beta_{12}+2hl\beta_{13}+2kl\beta_{23})$.

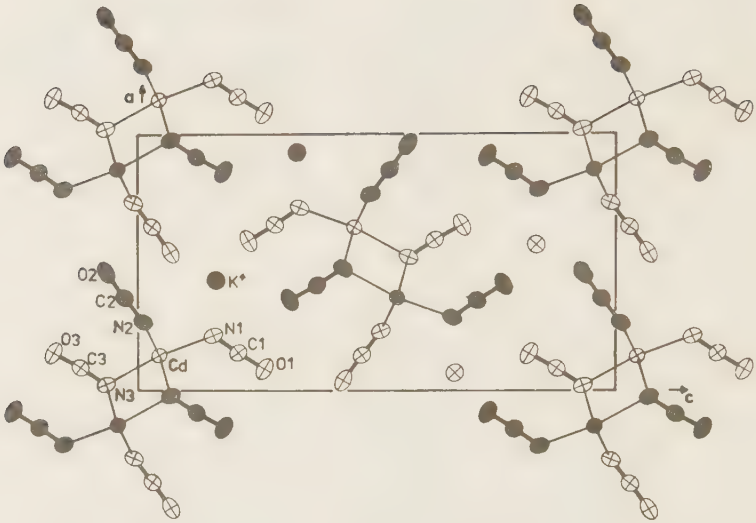


Abb.3 Projektion längs [010] . Helle Atome: y = 1/4, dunkle Atome: y = 3/4.

Der Zusammenhalt der Ketten wird über die Kaliumionen bewirkt, die trigonal-prismatisch von je zwei O- Atomen der endständigen Cyanatgruppen (Index 1), zwei weiteren O- Atomen der zweifach verbrückenden Cyanatgruppen (Index 2) und zwei N- Atomen der Gruppe (1) umgeben sind. Das endständige O- Atom der dreifach verbrückenden Gruppe(3) und ein N- Atom der Gruppe(2) vor zwei Seitenflächen des Prismas erhöhen die Koordinationszahl auf acht (siehe Abb. 4). Nach dem zuletzt genannten Atom folgt eine größere Lücke in den Abständen, so daß die dritte Seite des Prismas unzentriert bleibt.

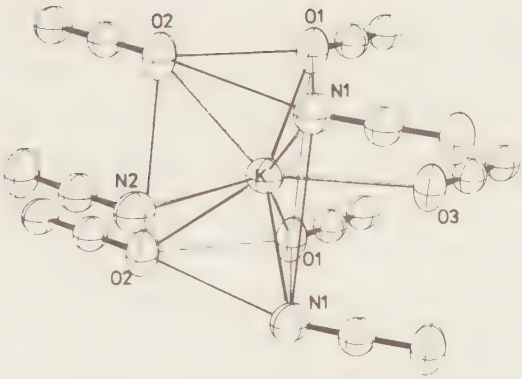


Abb.4 Koordination des K^+- Ions in $KCd(NCO)_3$

Die drei kristallographisch verschiedenen Cyanatgruppen zeigen auch unterschiedliche Bindungsabstände. Wie zu erwarten war, besitzen die endständigen, einfach am Cadmium koordinierenden Gruppen(1) die kürzesten Cd-N- und N-C-Abstände (224 pm und 117 pm). Mit zunehmender Brückenfunktion wird der Cd-N- Abstand stark aufgeweitet (233 pm für zweifache, 237 und 246 pm für die dreifach verknüpfenden NCO- Gruppen). Die Bindungswinkel an den N- Atomen deuten bei den Gruppen (1) und (2) auf sp^2- Hybridisierung, bei der Gruppe (3) auf einen Übergang zu sp^3- Hybridisierung hin. Die C-N- und C-O-Abstände innerhalb der Cyanatgruppen sind fast identisch und liegen innerhalb der bei kovalenten Isocyanaten

gefundenen Werten (siehe Tab. 6). Die hier gewählte Beschreibung als Isocyanatoanordnung entspricht den auf spektroskopischen Deutungen beruhenden Zuordnungen der Literatur. Röntgenographisch war nicht zu unterscheiden, ob eine Cyanato- bzw. Isocyanato- Koordination vorlag.

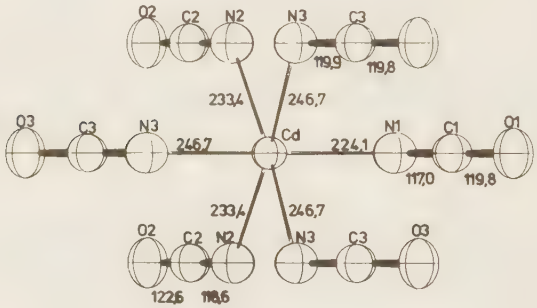


Abb.5 Koordination des Cadmiums in $KCd(NCO)_3$

Verbindung	C - N	C - O	Lit.
HNCO	120,7	117,1	76
KNCO	117,0	123,0	34
AgNCO	119,5	118,0	7
$(CH_3)_4N\ Ag(NCO)_2$	107,6 111,1	112,9 120,0	8

Tab.6 Bindungsabstände innerhalb der Cyanatgruppen in verschiedenen Gittern (Abstände in pm).

Abstand in pm		Winkel in Grad	
$Cd-N_1$	224,1(5)	$Cd-N_1-C_1$	125,0(4)
$Cd-N_2$	233,4(3)	$Cd-N_2-C_2$	127,2(7)
$Cd-N_3$	236,6(5) 246,6(3)	$Cd-N_3-C_3$	117,5(3)
N_1-C_1	117,0	$N_1-C_1-O_1$	176,9
C_1-O_1	119,8(7)		
N_2-C_2	118,6(9)	$N_2-C_2-O_2$	178,1
C_2-O_2	122,6(7)		
N_3-C_3	119,9(1)	$N_3-C_3-O_3$	175,2
C_3-O_3	119,8(1)		

Tab.7 Bindungsabstände und -winkel in der Verbindung $KCd(NCO)_3$ (Standardabweichungen in Klammern).

3.1.8. Untersuchungen an Kaliumcyanatomercuraten

Das Phasengebiet wäßriger Hg(II)-Salzlösungen in Gegenwart von KNCO ist auf den ersten Blick recht unübersichtlich. Die durch Vereinigen obiger Lösungen gebildeten feinkristallinen Niederschläge variieren je nach Art der eingesetzten Hg(II)-Salze und anwesenden Fremdionen in ihrer Zusammensetzung, da sie größtenteils aus Gemischen mehrerer Komponenten bestehen. Bei Anwesenheit von Halogenidionen wird der Sachverhalt durch Bildung gemischter Halogenocyanatomercurate noch unübersichtlicher (siehe Kap. 3.1.10). Es wurde versucht, einerseits durch systematische Variation der Konzentrationsverhältnisse die Phasengebiete der einzelnen Komponenten abzugrenzen, um präparativ eindeutige Darstellungswege auszuarbeiten und andererseits, die von L.BIRKENBACH und H.KOLB [6] beschriebenen Untersuchungen kritisch nachzuvollziehen. Wichtigstes Hilfsmittel zur Charakterisierung der einzelnen Verbindungen waren die Pulverdiagramme, da die linienreichen IR-Spektren sich nur geringfügig unterschieden. Durch Analyse der Pulverdiagramme gelang es, die einzelnen Verbindungen in den primär gebildeten Gemischen zu identifizieren und durch Variation der Lösungsmittel die einzelnen Komponenten aus den Gemischen zu isolieren.

Nach BIRKENBACH und KOLB [6] werden in Abhängigkeit von den Reaktionsbedingungen bindungsisomere Doppelsalze der Zusammensetzung 2 $KOCN \cdot 3\ Hg(NCO)_2$ gebildet. Der bei der Fällung aus Lösungen von $Hg(CH_3COO)_2$ gebildete Niederschlag wurde als O- Cyanatokomplex beschrieben, da aus dem bei der Umsetzung mit Jod und Cyclohexen in Methanol gebildeten Reaktionsgemisch ein Derivat der Allophansäure isoliert wurde. Wird bei der Fällung jedoch an Stelle des Acetats das Nitrat eingesetzt, so soll nach Angabe der Autoren der bindungsisomere N- Isocyanatokomplex gebildet werden, da die entsprechende Reaktion mit Jod und Cyclohexen zu einem Carbaminsäureester führte. Dies schien einer genaueren Untersuchung wert, zumal die in der Arbeit angegebenen spektrometrischen Schlußfolgerungen nach dem heutigen Wissensstand nicht mehr aufrechtzuerhalten sind.

3.1.2.1. Untersuchung der Reaktion wäßriger $Hg(NO_3)_2$-Lösungen mit KOCN

Aus wäßrigen $Hg(NO_3)_2$- Lösungen fällt bei Zugabe von KOCN- Lösung ab einem stöchiometrischen Verhältnis $[KOCN] : [Hg(NO_3)_2] \leq 3$ die von BIRKENBACH und KOLB [6] beschriebene Verbindung der formalen Zusammen-

setzung $K_2Hg_3(NCO)_8$. Die feinkristallinen Niederschläge sind durch die Hydrolyse des Hg^{2+}- Ions, bedingt durch die pH- Wert Erhöhung bei der Zugabe der KOCN- Lösung, je nach Reaktionsbedingungen mehr oder weniger mit Hydrolysenprodukten des $Hg(NO_3)_2$ verunreinigt.
Es erwies sich am vorteilhaftesten, das etwa Eineinhalbfache der berechneten Menge an KOCN, gelöst in H_2O, zu einer eisgekühlten, bis zur Auflösung der Trübung mit HNO_3 angesäuerten wäßrigen $Hg(NO_3)_2$- Lösung zutropfen zu lassen, doch lagen bei dem durch diese Methode dargestelltem Produkt die Hg- Analysenwerte noch ca. 2% bis 4% , bezogen auf die Stöchiometrie $K_2Hg_3(NCO)_8$,zu hoch. Durch Umkristallisieren aus H_2O bei Temperaturen bis 50° und Eiskühlung des Filtrates kann die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ analysenrein erhalten werden. Wäscht man die Primärfällung, wie von BIRKENBACH und KOLB [6)] angegeben, mit Äthanol, so treten im Pulverdiagramm der so behandelten Substanz einige zusätzliche Linien auf, gleichzeitig zeigt sich ein nicht unerheblicher Substanzverlust. Eine Isolierung der sich neu abzeichnenden Phase gelingt aus Äthanol jedoch nicht. Durch Umkristallisation in H_2O wurde sowohl aus dem mit Äthanol gewaschenen Rest als auch aus dem, nach Verdunsten der Waschflüssigkeit, in Äthanol löslichem Teil, die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ wieder erhalten.

Suspendiert man dagegen die Primärfällung in Methanol beim Siedepunkt, so kristallisiert beim Abkühlen eine Verbindung anderer Stöchiometrie, der Trikomplex $KHg(NCO)_3$ in langen, farblosen Prismen aus. Nach dem Isolieren dieser Verbindung, eine weitgehende Verdunstung des Lösungsmittels ist hierbei zu vermeiden, ist im Rückstand das in Methanol gut lösliche $Hg(NCO)_2$ nachzuweisen.

$$K_2Hg_3(NCO)_8 \underset{H_2O}{\overset{CH_3OH}{\rightleftharpoons}} 2KHg(NCO)_3 + Hg(NCO)_2$$

Eine Isomerisierung konnte nicht beobachtet werden. Wiederholtes Umkristallisieren, ausgehend von der Primärfällung, ergab in H_2O jeweils nur die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$; alle Fraktionen zeigten mit der Primärfällung identische Pulverdiagramme und IR- Spektren. Beide Verbindungen, der aus Methanol erhältliche Trikomplex und die aus H_2O erhältliche Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ sind, als über N- gebundene Isocyanatomercurate anzusehen (siehe auch Kap. 3.2.).

3.1.8.2. Untersuchung der Reaktion von $Hg(CH_3COO)_2$-Lösungen mit KOCN

Diese Reaktion erwies sich zur Darstellung von Kaliumcyanatomercuraten als zweckmäßiger, da durch Zugabe von CH_3COOH einerseits die Bildung basischer Produkte weitgehend vermieden werden kann, und andererseits keine freie HNCO gebildet wird (p_{Ks} = 3,92). Es treten jedoch, abhängig vom pH- Wert, im Pulverdiagramm der Primärfällungen zusätzliche Linien auf, die nur durch eine Bildung geringfügiger Mengen gemischter Acetato- cyanatomercurate erklärt werden können. Durch Umkristallisieren in Acetonitril konnte ein Produkt isoliert werden, dessen Zusammensetzung einem von BIRKENBACH und KOLB [6] gefundenen Tripelsalz $2Hg(NCO)_2 \cdot KOCN \cdot CH_3COOK$ entspricht. Diese erhielten die Verbindung durch Umsetzung methanolischer $Hg(NCO)_2$- Lösungen mit einer Lösung von CH_3COOK in Äthanol. Die Verbindung wurde nicht näher untersucht, zumal die Qualität der aus Acetonitril isolierten Kristalle keine Einkristalluntersuchungen gestattete. Umkristallisieren der Primärfällung in H_2O liefert wiederum die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$, ein Umkristallisieren in Methanol liefert die Verbindung $KHg(NCO)_3$, ganz analog den Umsetzungen ausgehend von $Hg(NO_3)_2$.

3.1.8.3. Zusammenfassung

Die Bildung bindungsisomerer Verbindungen aus den oben beschriebenen Reaktionen konnte nicht bestätigt werden. Alle Fällungen und Umkristallisate besitzen bei gleicher Stöchiometrie identische Pulverdiagramme und IR- Spektren.

Die von TSIVADZE und Mitarbeitern [26] beschriebene Verbindung $K_2Hg(OCN)_4$ konnte nicht dargestellt werden.

Ansätze variabler Zusammensetzung führen in wäßrigem Medium stets zu Fällungen der Stöchiometrie $K_2Hg_3(NCO)_8$. Umsetzungen methanolischer Lösungen von $Hg(NCO)_2$ mit KOCN liefern nur den Trikomplex $KHg(NCO)_3$. In Gegenwart von H_2O oder in Äthanol treten Gemische von $K_2Hg_3(NCO)_8$ mit $KHg(NCO)_3$ auf.

3.1.8.4. Röntgenographische Charakterisierung der Kaliumcyanatomercurate

$K_2Hg_3(NCO)_8$ kristallisiert aus wäßrigen Lösungen in langen, stark abgeplatteten Nadeln aus, die durch Lichteinwirkung langsam unter Hg- Abscheidung zerfallen. Beim Lösen in warmen H_2O (Abscheidung von gelbem HgO) und beim Behandeln mit organischen Lösungsmitteln tritt Zersetzung ein. Die Qualität der Kristalle ist außerordentlich schlecht, da die extrem dünnen Kristalle häufig parallel verwachsen und Einzelexemplare

besonders beim Aufkleben im Leim, mechanisch leicht verformbar sind. Alle Spezies sind mit Zersetzungsprodukten oberflächlich verunreinigt.

Kristalldaten

Formelgewicht:	1016,1
Habitus:	farblose, stark abgeflachte Kristallnadeln, Wachstum [001]
Raumgruppe:	$P\bar{1} - C_i$ (Nr. 2 der Int.Tab.)
Gitterkonstanten vom Diffraktometer:	
	a = 1083,2 pm
	b = 1052,8 pm
	c = 395,4 pm
	$\alpha = 85{,}5^{\circ}$
	$\beta = 85.6^{\circ}$
	$\gamma = 92{,}1^{\circ}$
Volumen:	$448 \cdot 10^6$ pm^3
Formeleinheiten:	1
Dichten:	$d_{pyk} = 3{,}58$ g/cm^3;
	$d_{rö} = 3{,}75$ g/cm^3;

$KHg(NCO)_3$ kristallisiert aus Methanol in farblosen, prismatischen Nadeln aus, die sich an feuchter Luft rasch zersetzen. Im Röntgenlicht tritt wie bei $K_2Hg_3(NCO)_8$ langsame Zersetzung unter Hg- Abscheidung ein.

Kristalldaten

Formelgewicht:	365,7
Habitus:	farblose, langgestreckte Prismen
	Wachstum parallel [010]
Raumgruppe:	P nma - D_{2h}^{16} (Nr. 62 der Int.Tab.)

Verfeinerte Gitterkonstanten aus 18 standardisierten

Pulverreflexen:	a = 1015,2 ± 0,6 pm
	b = 399,3 ± 0,3 pm
	c = 1772,9 ± 0,9 pm
Volumen:	$719 \cdot 10^6$ pm^3
Formeleinheiten:	4
Dichten:	d_{pyk} = 3,15 g/cm^3;
	$d_{rö}$ = 3,38 g/cm^3;

3.1.8.5. Strukturuntersuchung der Verbindung $KHg(NCO)_3$

Erstellung eines Datensatzes

Wegen der schon bei der Anfertigung der Pulveraufnahmen erkennbaren Instabilität der Verbindung gegenüber mechanischen Beanspruchungen, wurde keine Kristallkugel geschliffen und auf eine Absorptionskorrektur verzichtet. Zur Messung wurde ein Kristallprisma mit den Abmessungen 10×10×80 μm herangezogen - Justierung parallel zur Wachstumsrichtung - , das sich als stabil genug erwies, um im Bereich $0^\circ \leq \vartheta \leq 22^\circ$ die Messung von insgesamt 2295 Reflexen zu gestatten (jeder Reflex viermal gemessen). Nach der

Mittelung ergab sich ein Satz unabhängiger Daten mit 518 Reflexen, von denen 50 kleiner als 3σ waren. Linearer Massenschwächungskoeffizient der Verbindung:

$\mu = 225\ cm^{-1}$;

senkrecht [010]: $\mu \cdot r = 0{,}225$

parallel [010]: $\mu \cdot r = 1{,}8$ (nicht realisierbar)

45° zu [010]: $\mu \cdot r = 0{,}45$

Hiermit berechnen sich Absorptionsfaktoren zwischen 1,346 ($\vartheta = 0^{\circ}$) und 1,344 ($\vartheta = 20^{\circ}$) für Durchgang $\perp$ zu [010] bzw. 1,937 ($\vartheta = 0^{\circ}$) und 1,923 ($\vartheta = 20^{\circ}$) für Durchgang im Winkel von 45° zur Justierungsrichtung.

Modellfindung und Strukturverfeinerung

Aufgrund der vergleichbaren Gitterparameter mit der entsprechenden Cadmiumverbindung $KCd(NCO)_3$ wurde eine Isotypiebeziehung zwischen den beiden Verbindungen vermutet. Tatsächlich ließen sich aus den beiden wesentlichen PATTERSON- Schnitten bei y = 0 und 1/2 vier Modelle entwickeln, von denen eines mit den Schweratomlagen der Verbindung $KCd(NCO)_3$ vergleichbar war. Eine Verfeinerung der Lagen des Hg- Atoms erbrachte einen R- Wert von 22%. Durch weiterführende Differenzenfourierrechnungen konnten die Lagen aller anderen Atome gefunden werden, die sich mit anisotropen Temperaturfaktoren bis zu einem R- Wert von 5,44% verfeinern ließen. Die die Hg- Atome koordinierenden Atome wurden, den spektroskopischen Zuordnungen ent-

sprechend, als Stickstoffatome betrachtet. Die Tabellen 8 und 9 geben die verfeinerten Atomkoordinaten bzw. die interatomaren Bindungsabstände und -winkel wieder.

Atom	x y z	β_{11} β_{12} β_{13}	β_{22} β_{23}	β_{33}
K	0,4195(5) 0,75 0,1635(3)	0,0075(5) 0,0 -0,00003(22)	0,034(3) 0,0	0,00008(1)
Hg	0,1530(8) 0,25 0,0374(4)	0,0052(1) 0,0 -0,00013(3)	0,0338(9) 0,0	0,0010(4)
N1	0,202(2) 0,25 0,152(1)	0,013(2) 0,0 0,003(1)	0,02(1) 0,0	0,0015(6)
C1	0,127(3) 0,25 0,201(2)	0,007(2) 0,0 -0,003(1)	0,04(2) 0,0	0,0026(10)
O1	0,049(2) 0,25 0,252(1)	0,017(3) 0,0 0,005(1)	0,12(2) 0,0	0,0029(7)
N2	0,210(2) 0,25 0,512(1)	0,006(2) 0,0 -0,002(1)	0,04(1) 0,0	0,0018(6)
C2	0,122(2) 0,25 0,464(1)	0,006(2) 0,0 0,003(1)	0,06(2) 0,0	0,0014(8)
O2	0,032(1) 0,25 0,422(1)	0,006(2) 0,0 -0,0037(9)	0,09(2) 0,0	0,0028(6)
N3	0,434(3) 0,75 0,432(1)	0,011(3) 0,0 -0,002(13)	0,06(1) 0,0	0,0019(7)
C3	0,379(3) 0,75 0,375(1)	0,012(3) 0,0 0,003(2)	0,12(3) 0,0	0,002(1)

Fortsetzung

Fortsetzung

O3	0,325(2)	0,024(4)	0,19(4)	0,0010(7)
	0,75	0,0	0,0	
	0,317(1)	-0,001(1)		

Tab.8 Atomparameter und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren der Verbindung $KHg(NCO)_3$ (Standardabweichungen in Klammern). Zur Definition von β_{ik} siehe Seite 37.

Abstände (in pm)

Hg-N1	210(1)	
Hg-N2	247(1)	2- fach
Hg-N3	207(2)	
	304(2)	2- fach
K-O3	288(2)	
K-N2	299(2)	
K-N1	298(2)	2- fach
K-O1	282(1)	"
K-O2	274(1)	"

1 = endständige Gruppe
2 = zweifach verbrückend
3 = dreifach "

N1-C1	115(3)
C1-O1	119(3)
N2-C2	123(3)
C2-O2	119(3)
N3-C3	115(3)
C3-O3	117(3)

Bindungswinkel (in $^{\circ}$)

Hg-N1-C1	$124^{\circ} \pm 2$	N1-C1-O1	179°
Hg-N2-C2	$122^{\circ} \pm 1$	N2-C2-O2	176°
Hg-N3-C3	$126^{\circ} \pm 2$	N3-C3-O3	179°
Hg-N2-Hg	$107^{\circ} \pm 1$		
N3-Hg-N1	$169^{\circ} \pm 2$	($Hg(NCO)_2$- Hantel)	

Tab. 9 Abstände und Bindungswinkel im $KHg(NCO)_3$

Diskussion

$KHg(NCO)_3$ kann sinnvoll als isotyp zu der im $KCdCl_3$- Typ kristallisierenden Verbindung $KCd(NCO)_3$ (siehe Kap. 3.1.7.) bezeichnet werden, obwohl das Koordinationsoktaeder zugunsten einer digonalen Koordination des Quecksilbers stark verzerrt ist, da doch recht ähnliche Zellparameter gefunden wurden. Der Abstand zu diesen digonal mit einem Winkel von 169° transständigen Cyanatgruppen beträgt 207 bzw. 210 pm, was dem Erwartungswert der Summe der kovalenten Radien (N 74 pm, Hg 130 pm für digonale Koordination [49,51]) entspricht. Bemerkenswert ist die Asymmetrie dieser digonalen Baugruppe, wie sie auch im $Hg(N_3)_2$ [76]gefunden wurde (204 und 214 pm). Der Grund für das deutliche Abknicken der Bindung zum Atom N3 hin, dürfte in der zusätzlichen Koordination dieses dreifach verknüpfenden Atoms zur benachbarten $Hg(NCO)_2$- Baueinheit liegen. In der Abbildung 6, die eine Projektion der Elementarzelle entlang der kurzen b- Achse zeigt, wird die Verwandtschaft zur entsprechenden Cadmiumverbindung deutlich. Die nächstliegenden Cyanatgruppen koordinieren bei 247 pm (Index 2), zwei N- Atome benachbarter $Hg(NCO)_2$- Einheiten zusätzlich bei 304 pm, was nur noch knapp unter der Summe der VAN DER WAALS-Radien mit ca. 315 pm [51] liegt. Die effektive Koordination der Hg- Atome ist demnach sechsfach, wie

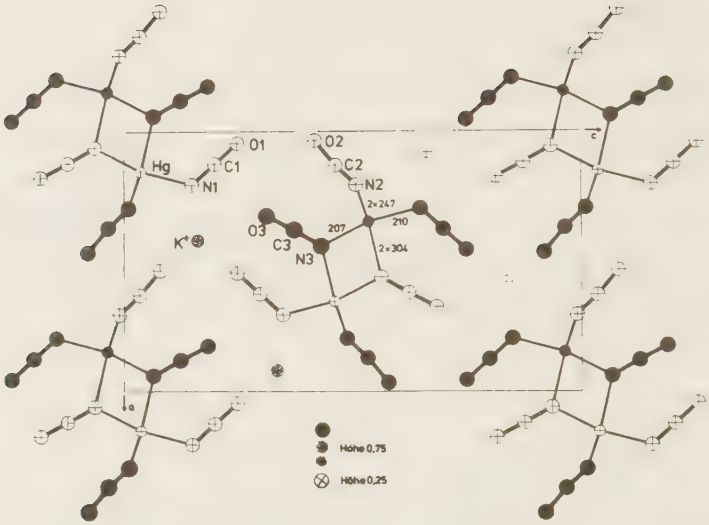


Abb. 6 Projektion der Elementarzelle von $KHg(NCO)_3$ auf die a,c- Ebene

die Abbildung 7 zeigt. Eine solche 2+2+2 Koordination (2+2+2 drückt die Einteilung der 6 Bindungsabstände in 3 Gruppen mit ca. 50 pm Differenz aus) läßt auch mehrere Möglichkeiten zur Beschreibung der Struktur zu.

Rechnet man die am weitesten entfernten Atome (304 pm) noch zur Koordinationssphäre, so kann man analog der Verbindung $KCd(NCO)_3$, mit einer hier allerdings stark verzerrten oktaedrischen Koordination, eine Beschreibung als $KCdCl_3$- Typ diskutieren (Ausbildung

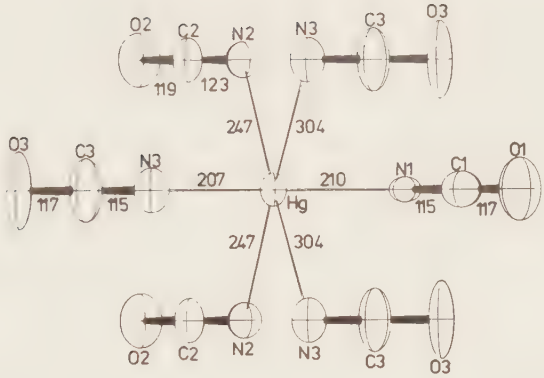


Abb.7 Verzerrt oktaedrische Koordination des Quecksilbers in der Verbindung $KHg(NCO)_3$ (Angaben in pm).

von $^1_\infty[Hg(NCO)_{3/3}(NCO)_{2/2}(NCO)]$ kantenverknüpften Oktaederdoppelketten). Ebenso kann man die Verbindung analog dem $RbHg(SCN)_3$[2] als Doppelsalz $KOCN \cdot Hg(NCO)_2$

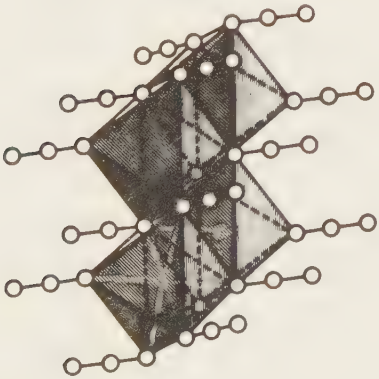


Abb. 8 Kantenverknüpfte Oktaederdoppelketten im $KHg(NCO)_3$

auffassen, wobei man nur die charakteristische Koordination des Hg- Atomes betrachtet und die Cyanatgruppe mit dem Index 2 (Abstand 247 pm) als isolierte Baueinheit betrachtet. Als Strukturbausteine sind demnach $Hg(NCO)_2$- Moleküle, K^+- Kationen und NCO^-- Anionen anzusehen. Einer Betrachtung als Doppelsalz widerspricht eigentlich die Aufweitung des Molvolumens um ca. 7% gegenüber der Summe der Molvolumina der binären Komponenten KOCN und $Hg(NCO)_2$, was aber verständlich wird, da gegenüber der Komplexverbindung $KCd(NCO)_3$ die relativen Lagen der Atome nur geringfügig differieren.

Es läßt sich auch eine verzerrt tetraedrische Umgebung der Hg- Atome konstruieren, wobei die beiden langen Bindungen von 304 pm in Abb. 6 wegzudenken sind.

Die Verknüpfung dieser Tetraeder längs [010] zu eckenverknüpften Ketten wäre mit der Formel $^1_\infty[Hg(NCO)_{2/2}(NCO)_2]$ zu beschreiben. Diese Tetraederketten liegen paarweise versetzt nebeneinander, so daß die zusätzliche Koordination zu den Hg- Atomen der Nachbarkette über die Kante der endständigen Cyanatgruppen hin bewerkstelligt wird. Die zentralen Hg- Atome sind dabei aus den Tetraederschwerpunkten in Richtung auf diese Kante hin aufeinander zugerückt.

Die drei kristallographisch verschiedenen Cyanatgruppen unterscheiden sich in der Art ihrer Koordi-

nation. Wie zu erwarten, besitzen die beiden digonalen Cyanatgruppen (Index 1 und 3) auch die kürzesten C-N- Abstände mit 115 pm, während in der zweifach, mit einem Abstand von 247 pm deutlich schwächer koordinierenden Cyanatgruppe der Bindungsabstand auf 123 pm aufgeweitet wird. Die C-O- Abstände wurden bei allen Gruppen annähernd gleich gefunden (119 bzw. 117 pm).

Eine Betrachtung der Bindungswinkel am N- Atom der digonalen $Hg(NCO)_2$- Baugruppen deutet auf sp^2- Hybridisierung hin (siehe Tabelle 8), obwohl die Bindungsabstände von 115 pm in der Größenordnung einer C≡N- Dreifachbindung (116 pm [49]) liegen. Es zeigt sich allerdings, daß die meist von organischen Nitrilen ermittelten Abstände sich bei einer kovalenten Bindung an Metallatome erheblich verkürzen. So werden in Metallcyaniden und Cyanokomplexen [1]) durchwegs Abstände kleiner 115 pm gefunden (siehe auch Kapitel 3.1.10.). Für Cyanatokomplexe ermittelte man bei linearer Anordnung (I), entsprechend einer sp- Hybridisierung, Abstände von 108 und 111 pm in der Verbindung $[(CH_3)_4N]Ag(NCO)_2$ [8]), 112 pm in der Verbindung $[(\eta^5\text{-}C_5H_5)Cr(NO)_2(NCO)]$ [17]) und 112 pm bei $[(\eta^5\text{-}C_5H_5)Mo(CO)(PPh_3)(NCO)]$ [18]), also deutlich

(I) $M - \overset{+}{N} \equiv C - \overset{-}{\underline{O}}|$ (II) $M - \overset{-}{N} = C = \underline{O}$

kürzere Abstände als sie bei sp^2- Hybridisierung gefunden werden (ca. 117 ± 2 pm).
Während die Zuordnung der beiden digonal gebundenen Cyanatgruppen als N- koordinierend gesichert ist (siehe Kap. 3.2), ist dies bei der fast isoliert liegenden Gruppe (Index 2) nur bedingt möglich. Röntgenographisch ist bei keiner Gruppe eine eindeutige Unterscheidung der endständigen Atome möglich. Die mittels Differenzenfouriermethoden berechnete lokale Elektronendichte ist für alle Atome annähernd gleich, bei höherer Auflösung entspricht die Abstufung der berechneten Maxima bei den digonal koordinierenden Gruppen 1 und 3 der Annahme einer Bindung über die N- Atome. (Für Hg-X-Y-Z beträgt die Höhe der Maximas der berechneten Elektronendichte Z ≤ X ≤ Y).
Bei der fast isoliert liegenden Cyanatgruppe werden die Maxima der Elektronendichte gerade in umgedrehter Reihenfolge berechnet und auch eine Betrachtung der Bindungsabstände, im Vergleich zum ionischen KOCN, würde auf eine entgegengesetzte Bezeichnung der endständigen Atome hindeuten (N2 als Sauerstoff bzw. O2 als Stickstoff); wegen der auftretenden Toleranzen durch Meßfehler, die durch die fehlende Absorptionskorrektur und die fortlaufende Zersetzung des Kristalls entstanden sind, ist eine derartige Zuordnug nicht eindeutig.

Die Kaliumatome sind von vier O- Atomen und zwei N- Atomen trigonal prismatisch umgeben, wie aus Abbildung 9 ersichtlich. Zwei weitere Atome vor zwei Seitenflächen des Prismas (N2 und O3) erhöhen die Koordinationszahl auf acht. Die nächstliegenden N- bzw O- Atome befinden sich erst bei 427 pm, so daß die größte Lücke in der Koordinationssphäre des Kaliumions sich nach dem achten Atom befindet.

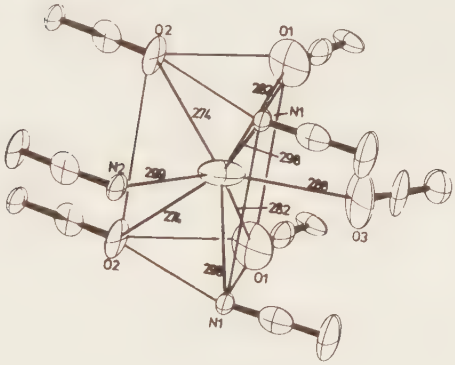


Abb. 9 Koordination der Kaliumionen in der Verbindung $KHg(NCO)_3$ (Abstände in pm).

3.1.8.6. Strukturuntersuchung der Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$

Erstellung eines Datensatzes

Aus einer etwas dickeren Kristallnadel wurde ein Kristallplättchen mit annähernd quadratischer Grundfläche (0,1×0,1×0,05 mm) angefertigt, welches koplanar zur Grundfläche ([100]-Richtung) justiert wurde. Mit einem linearen Massenschwächungskoeffizienten μ= 254 cm^{-1} berechnen sich Absorptionsfaktoren zwischen 23,8 (ϑ= 0°) und 12,98 (ϑ= 35°) für Durchstrahlung durch die Plättchenebene bzw. zwischen 6,03 (ϑ= 0°) und 5,06 (ϑ= 35°) für eine Durchstahlung senkrecht zur Plättchenebene.
Es wurden insgesamt 4208 Reflexe einer vollen Kugelschale im Bereich $0° \leq \vartheta \leq 36°$ gemessen, so daß nach der Mittelung ein Satz von 1720 unabhängigen Daten zur Verfügung stand.

Modellfindung und Strukturverfeinerung

Das PATTERSON- Bild war nur mit der zentrosymmetrischen Raumgruppe P $\bar{1}$ - C_i vereinbar, wobei eines der drei Hg- Atome im Symmetriezentrum liegen mußte. Eine LEAST-SQUARES- Rechnung mit dem Schweratommodell erbrachte einen R- Wert von 22% und durch DIFFERENZEN-FOURIER-Rechnungen konnten die Lagen aller weiteren Atome gefunden werden, die sich mit anisotropen Temperaturfaktoren bis zu einem R- Wert von 12,6% verfeinern ließen. Wegen der relativ hohen Fehlergrenzen des Datensatzes, bedingt

durch die fehlende Absorptionskorrektur und die fortlaufende Zersetzung des Kristalls während der Messung wurde von einer weiteren Verfeinerung abgesehen.
Da die gefundenen Bindungslängen in den in der Literatur gefundenen Toleranzen liegen und alle Maxima der letzten DIFFERENZEN-FOURIER- Rechnung eindeutig zugeordnet werden konnten, erscheint das gefundene Strukturmodell, trotz des hohen R- Wertes sinnvoll und richtig. Auch treten in der Struktur keine größeren Lücken auf, in denen für weitere Atome, z.B. Lösungsmittel, Platz vorhanden wäre.
Die Tabellen 11 und 12 enthalten die endgültigen Ortsparameter und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren bzw. die wichtigen Bindungsabstände und -winkel.

Atom	x y z	β_{11} β_{12} β_{13}	β_{22} β_{23}	β_{33}
K	0,2078(6) 0,5095(6) 0,212(1)	0,0090(6) -0,0002(4) 0,0003(11)	0,0059(5) -0,002(1)	0,021(3)
Hg1	0 0 0	0,0058(1) 0,00007(10) 0,0006(2)	0,0047(1) -0,0025(2)	0,022(1)
Hg2	0,39317(9) 0,11562(8) 0,2748(2)	0,0051(1) -0,00039(7) -0,0001(1)	0,0053(1) -0,0019(2)	0,0251(8)
N1	0,403(2) 0,924(2) 0,290(6)	0,004(2) 0,001(1) -0,007(5)	0,005(2) -0,004(2)	0,08(1)
C1	0,317(3) 0,845(3) 0,214(7)	0,006(2) 0,004(2) 0,004(6)	0,012(2) 0,004(6)	0,02(2)
O1	0,251(2) 0,772(2) 0,156(5)	0,001(1) -0,007(1) -0,010(4)	0,008(2) -0,006(4)	0,09(1)
N2	0,430(2) 0,308(2) 0,226(6)	0,004(2) 0,001(1) -0,003(2)	0,003(2) -0,001(5)	0,07(2)
C2	0,522(3) 0,360(3) 0,299(7)	0,005(3) -0,0003(2) -0,002(6)	0,007(2) -0,009(6)	0,05(2)
O2	0,611(2) 0,428(2) 0,344(5)	0,006(2) -0,001(1) 0,003(4)	0,009(2) 0,0001(4)	0,06(1)
N3	0,762(2) 0,876(2) 0,194(7)	0,008(2) 0,0007(17) -0,006(5)	0,006(2) -0,007(5)	0,03(2)
C3	0,801(3) 0,768(3) 0,225(8)	0,001(3) -0,005(2) 0,002(6)	0,010(3) 0,005(6)	0,05(2)
O3	0,836(2) 0,664(2) 0,238(5)	0,007(2) 0,002(1) 0,002(4)	0,003(2) 0,004(4)	0,06(1)

Fortsetzung

Fortsetzung

N4	0,969(2)	0,011(2)	0,004(2)	0,02(2)
	0,140(2)	0,003(1)	-0,004(5)	
	0,317(7)	0,006(5)		
C4	0,951(3)	0,005(3)	0,006(2)	0,05(2)
	0,248(3)	-0,001(2)	0,002(6)	
	0,288(8)	0,0001(60)		
O4	0,930(2)	0,008(1)	0,006(2)	0,04(1)
	0,358(2)	-0,00001(48)	-0,0006(41)	
	0,289(5)	0,003(4)		

Tab. 11 Atomparameter und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren (Standardabweichungen in Klammern)

Hg1-N4	203(2) pm 2- fach			
Hg1-N3	287(2) pm "			
Hg1-N4	302(2) pm "			
Hg2-N1	202(2) pm	K-O3	270(2) pm	
Hg2-N2	204(2) pm	K-O3	273(2) pm	
Hg2-N3	259(3) pm	K-O1	278(2) pm	
Hg2-N3	260(2) pm	K-O2	285(2) pm 2- fach	
Hg2-N1	293(3) pm	K-O4	288(2) pm	
Hg2-N1	308(2) pm	K-O4	287(2) pm	
		K-N2	326(2) pm	
		K-O4	333(2) pm	
		nächster Abstand 450 pm		
N1-C1	129(4) pm	Hg2-N1-C1	126°	
C1-O1	108(4) pm	N1-C1-O1	175°	
N2-C2	119(4) pm	Hg2-N2-C2	125°	
C2-O2	121(4) pm	N2-C2-O2	170°	Fortsetzung

Fortsetzung			
N3-C3	123(4) pm	isoliert	
C3-O3	116(4) pm	N3-C3-O3	176°
N4-C4	116(4) pm	Hg1-N4-C4	136°
C4-O4	119(4) pm	N4-C4-O4	174°

Tab. 12 Wichtige Bindungsabstände und -winkel der Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ (Standardabweichungen in Klammern).

Strukturbeschreibung

Wie in der Struktur der Verbindung $KHg(NCO)_3$ sind auch hier digonal koordinierte $Hg(NCO)_2$- Baugruppen neben K^+- Kationen und fast isoliert liegenden NCO^-- Anionen vorherrschend. Bei einer alleinigen Betrachtung dieser charakteristischen Koordination des Hg(II)- Atoms, kann man mit einer gewissen Berechtigung von einem Doppelsalz der Zusammensetzung $2\ KOCN \cdot 3\ Hg(NCO)_2$ sprechen, wie es auch von BIRKENBACH und KOLB [6] formuliert wurde. Die Abbildung 10 zeigt eine Seitenansicht der Elementarzelle, in der die $Hg(NCO)_2$- Einheiten durch ihre etwas stärker angedeuteten Hg-N- Bindungen erkennbar sind.

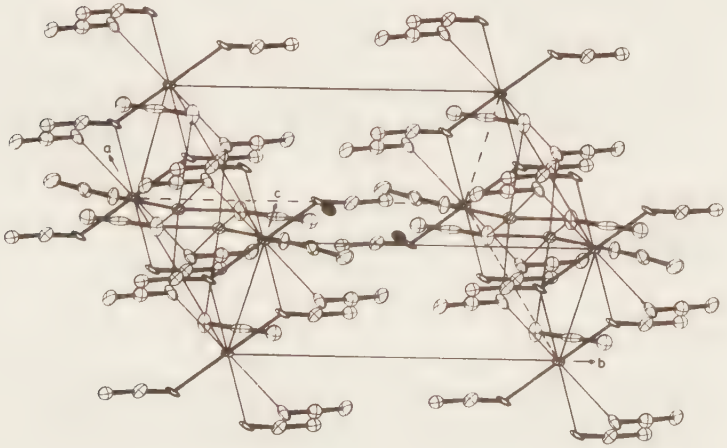


Abb. 10 ORTEP- Zeichnung der Elementarzelle von $K_2Hg_3(NCO)_8$

Rechnet man dagegen alle, innerhalb der Summe der VAN-DER-WAALS- Radien (ca. 315 pm [51]) liegenden Atome zur Koordinationssphäre der Hg(II)- Atome hinzu, so ergeben sich für das eine der beiden kristallographisch verschiedenen Hg(II)- Atome auf der allgemeinen Lage (Index 2) ähnliche Koordinationsverhältnisse, wie sie auch in der Struktur der Verbindung $KHg(NCO)_3$ gefunden wurden. Wie die Abbildung 11 zeigt, befinden sich die digonal transständigen Cyanatgruppen (∡ N2-Hg2-N1 = 166°) im Abstand von

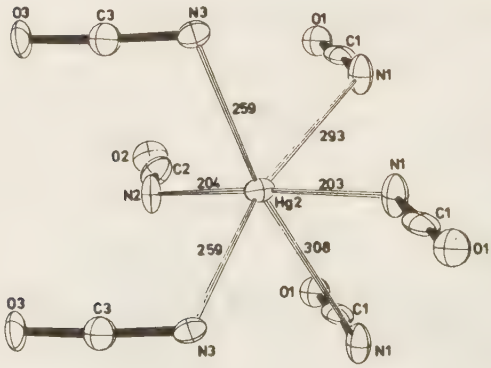


Abb.11
Koordination des Atoms Hg(2) in $K_2Hg_3(NCO)_8$ (Angaben in pm)

203 bzw. 204 pm, wobei wie in der Struktur der Verbindung $KHg(NCO)_3$ der kürzere Bindungsabstand zur dreifach verknüpfenden Cyanatgruppe (Index 1)hin auftritt. Die nächsten, sonst isoliert liegenden

Cyanatgruppen (Index 3) koordinieren bei 259 bzw. 260 pm, die digonalen Gruppen der benachbarten Hanteln zusätzlich noch bei 293 bzw. 308 pm, also nur noch knapp unter der Summe der VAN-DER-WAALS- Radien. Insgesamt werden unter Berücksichtigung dieser sechs Liganden um das Hg- Atom Hg(2) wie im $KHg(NCO)_3$ verzerrte $^1_\infty[Hg(NCO)_{3/3}(NCO)_{2/2}(NCO)]$ - Oktaederdoppelketten längs der [001] - Richtung ausgebildet.
Die effektive Koordinationszahl [51] für das andere Hg- Atom im Ursprung der Zelle beträgt ebenfalls sechs (Abb. 12),wobei ebenfalls zwei kurze Bindungsabstände zu den digonalen Gruppen (203 pm zu N4) und vier weitere mit 2×287 zu N3 bzw. 2×302 zu N4 (die digonal zu den in [001] translatorisch äquivalenten Hg- Atome stehenden) auftreten, so daß auch hier eine verzerrt okteadrische Umgebung des Hg- Atomes diskutiert werden kann (Winkeldeformationen des

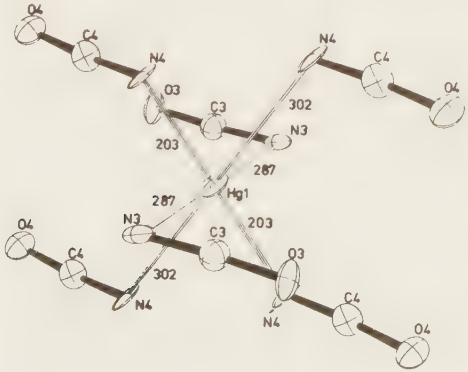


Abb.12
Koordination des Atoms Hg(1) in $K_2Hg_3(NCO)_8$ (Angaben in pm)

Koordinationsoktaeders ca. 10°).

Betrachtet man hingegen die Koordinationssphäre der Hg(II)- Atome nach dem Prinzip der größten Lücke innerhalb der Bindungsabstände, so ergibt sich für das Hg- Atom Hg(2) wie diskutiert eine sechsfache Umgebung, während bei dem Atom Hg(1) diese größte Lücke sich nach den beiden digonalen Abständen befindet. Einer solchen Betrachtung wird die Formulierung als Doppelsalz $2\ KHg(NCO)_3 \cdot Hg(NCO)_2$ gerecht. Als Strukturbausteine sind nach dieser Betrachtunsweise $Hg(NCO)_2$- Moleküle, $^{1}_{\infty}[Hg(NCO)_{3/3}(NCO)_{2/2}(NCO)]$ - Oktaederdoppelketten und K^+- Ionen anzusehen. Der Zusammenhalt der Struktur ist so in den drei Raumrichtungen unterschiedlich. Die entlang der [001] - Richtung ausgebildeten Oktaederdoppelketten werden in der [100] - Richtung durch zusätzliche Koordination, der in den Ketten zweifach koordinierenden Cyanatgruppen (Index 3) an die isolierten $Hg(NCO)_2$- Moleküle zu Schichten verknüpft, die wiederum in der dritten Raumrichtung elektrostatisch durch die K^+- Kationen zusammengehalten werden. Sowohl das extreme anisotrope Kristallwachstum der Verbindung, als auch die, von der Art des Lösungsmittels beeinflußte bevorzugte Kristallisation der beiden Verbindungen $KHg(NCO)_3$ und $K_2Hg_3(NCO)_8$ würden einer solchen Betrachtung gerecht werden.

Bedingt durch die ungünstige Kristallform sind die Parameter mit höheren Fehlern behaftet, so daß es problematisch erscheint, die Bindungsabstände innerhalb der Cyanatgruppen eingehend zu diskutieren. Die Standardabweichungen der Ortsparameter der leichten Atome entsprechen in der a- bzw. c- Richtung (Gitterkonstanten 1000 pm) einem Fehler von ca. 2 pm, in der kurzen c- Richtung (400 pm), wegen der auftretenden Abbruch-effekte durchschnittlich 3 pm.
Die beiden Cyanatgruppen mit den Indizes 3 bzw. 4 liegen fast parallel zur a-b- Ebene (Höhendifferenz der endständigen Atome 11,2 bzw. 17,6 pm), während die beiden restlichen Gruppen sich deutlicher in alle drei Raumrichtungen erstrecken und etwa dreifach so große Höhendifferenzen besitzen (47,2 bzw. 53,6 pm). Der Fehler der ungenaueren Bestimmung in der [001]-Richtung wirkt sich daher auf die beiden zuletzt genannten Gruppen (1 und 2) weit stärker aus, als auf die Cyanatgruppen 3 und 4.
Tatsächlich zeigt die Betrachtung der Bindungsabstände eine Bestätigung dieser Überlegungen. In der fast isoliert liegenden Gruppe 3 finden sich analoge Abstände mit 123 pm für die C-N- und 116 pm für die C-O- Bindung, wie sie auch in der Struktur der Verbindung $KHg(NCO)_3$ gefunden wurden (123 pm bzw. 119 pm). Ebenso ergeben sich in der einen der drei digonal koordinierenden Cyanatgruppen (Nr.4) ähnliche Abstände, wie in den

entsprechenden Gruppen im $KHg(NCO)_3$ (116 pm und 115 pm für die C-N- und 119 pm für die C-O- Bindungen). Die Abstände in den sich in allen drei Raumrichtungen erstreckenden Cyanatgruppen sind, wie gesagt mit einem weit größeren Fehler behaftet, der besonders bei Lokalisierung des C- Atoms auftritt. Eine Betrachtung der Gesamtlängen der Hg-N-, N-C- und C-O- Bindungen zeigt jedoch wieder Übereinstimmung. Für beide betrachteten Strukturen beträgt diese Summe für die endständigen, nur einfach koordinierenden Gruppen 444 pm, für die dreifach verknüpfenden Gruppen 439 pm in der bevorzugten Bindungsrichtung.

Die Bindungswinkel am N- Atom der kovalent gebundenen Gruppen (1,2,4) liegen zwischen 126° und 136° und deuten auf eine sp^2- Hybridisierung hin, was auch im Einklang mit den gefundenen C-N- Abständen (siehe auch Seite 57) steht.

Die Koordination der K^+- Kationen ist ähnlich wie die in der Verbindung $KHg(NCO)_3$, nur sind hier alle drei Seitenflächen des trigonalen Prismas zentriert, so daß sich insgesamt eine neunfache Koordination für das Alkalimetall ergibt (Abb.13).

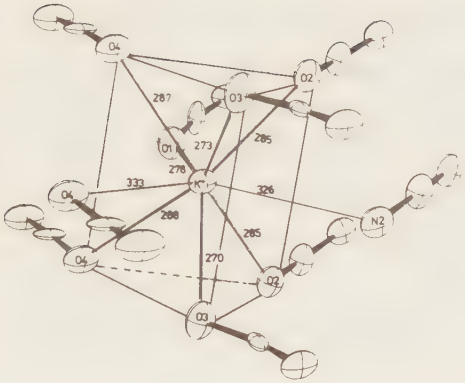


Abb.13
Koordination der K^+-Ionen in $K_2Hg_3(NCO)_8$ (Angaben in pm)

Diskussion

Zur Ermittlung von Strukturverwandtschaften bieten sich, wenn ein direkter gruppentheoretischer Weg nicht erkennbar ist, prinzipiell zwei Möglichkeiten an Beziehungen zu verwandten höhersymmetrischen Anordnungen herzustellen. Erstens eine Idealisierung von Atomparametern (z.B. ein Hinrücken auf spezielle Lagen in der höhersymmetrischen Struktur), und zweitens bei Strukturen mit vorgegebenen Koordinationspolyedern eine Idealisierung dieser Polyeder und ihrer Verknüpfungen. Beim Ersatz von kugelsymmetrischen Ionen durch langgestreckte Rotationsellipsoide, wie sie die dreiatomigen Pseudohalogenide OCN^- oder N_3^- beispielsweise darstellen, ergeben sich - je nach Ausrichtung der stäbchenförmigen Bausteine im Raum - größere

Änderungen der Zelldimensionen, so daß der erste Weg wenig erfolgversprechend scheint. Bedeutender ist hier eine Betrachtung der Koordinationspolyeder und deren Verknüpfungen, wobei sich gegenüber kugelsymmetrischen Liganden größere Änderungen der Zelldimensionen ergeben können. Bei der bevorzugten digonalen Koordination des Hg(II)- Ions erschwert eine zusätzliche Verzerrung der Polyeder die Betrachtungen.

Idealisierung der Atomlagen

Wie die Projektion der Elementarzelle längs der [001] - Richtung zeigt (Abb.14), sind abgesehen von dem

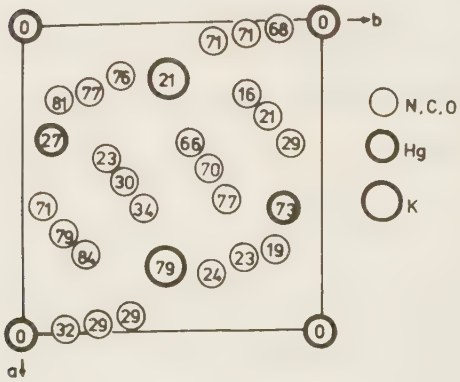


Abb.14
Projektion der Elementarzelle von $K_2Hg_3(NCO)_8$ auf die a-b- Ebene

Hg- Atom im Ursprung, alle anderen Atome in zwei Schichten um z≈1/4 und z≈3/4 angeordnet. Alle Cyanatgruppen sind so ausgerichtet, daß sie in diesen Schichten zu liegen kommen. Für die weitere Diskussion ist es nun notwendig, die dreiatomigen Anionen durch kugelsymmetrische Anionen zu ersetzen. Die Abb. 15 zeigt diese idealisierte Anordnung in der selben Projektionsrichtung wie Abb. 14.

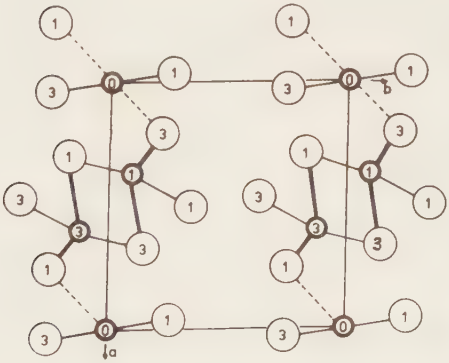


Abb.15
Projektion der idealisierten Struktur des $K_2Hg_3(NCO)_8$ auf die a-b- Ebene. Es sind nur die Lagen der Hg- Atome (kleine Kreise) und der idealisierten X- Anionen ((große Kreise) angegeben. Höhen in c/4.

<u>Idealisierung des Koordinationspolyeders</u>

Den Ausgangspunkt folgender Überlegungen bildet das Atom Hg2 auf der allgemeinen Lage, dessen Koordination mit der des Hg- Atoms in der Struktur der Verbindung

$KHg(NCO)_3$ vergleichbar war. Dort konnte gefunden werden, daß verzerrte Oktaederdoppelketten der Formel $^1_\infty[Hg(NCO)_{3/3}(NCO)_{2/2}(NCO)]$ ausgebildet werden. Unter Aufrichtung der transständigen Bindungen auf 180° und unter Berücksichtigung der Tatsache, daß unter Erhalt des Inversionszentrums alle Atome der idealisierten Zelle, wie die der realen Zelle über dieses Inversionszentrum ineinander übergeführt werden, ergibt sich eine Anordnung, wie sie Abb. 16 zeigt. Zwei Ketten von kantenverknüpften Oktaederdoppelketten (sog. Doppelrutilketten) verlaufen parallel [001] -

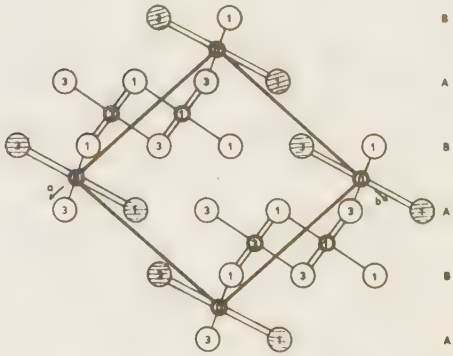


Abb.16 Idealisierte Polyederverknüpfung (s. Text Seite 74 unten).

Richtung versetzt zueinander, wobei die endständigen nur einfach koordinierenden Gruppen über das Symmetriezentrum in der Zellmitte gekoppelt werden. Trägt man die restliche Gruppe (Index 4, idealisiert als schraffierte Kugeln)

in das sich abzeichnende Muster ein, so kann eine Schichtfolge ABAB, entsprechend einer hexagonal dichtesten Packung erkannt werden. Die Normale der Schichten der dichtesten Packung entspricht der [110]-Richtung der Zelle, die Blickrichtung der Projektion entspricht dann einer a- Richtung der hexagonalen Packung.

Zur Lage des Atoms Hg1

Bei Beibehaltung des z- Parameters, der effektiven Koordination und der Verknüpfungsprinzipien der Cyanatgruppen (die einfache Koordination der nicht am Aufbau der Oktaederdoppelketten beteiligten Gruppe Nr.4 und die zusätzliche Koordination zu den, in den Oktaederketten zweifach verknüpfenden Gruppen) nimmt dieses Atom in der dichtesten Packung einen speziellen Platz ein, der auf der gemeinsamen Kante zweier benachbarter Tetraederlücken liegt. Die Umgebung eines solchen Platzes ist ebenfalls sechsfach, wobei zwei kurze Abstände mit a/2 und vier weitere mit $a/2 \cdot \sqrt{2}$ auftreten, wenn a den Kugelabstand der dichtesten Packung darstellt.

Lückenbesetzung

In dieser idealisierten Packung ist die Hälfte der Oktaederlücken jeder zweiten Schicht regelmäßig derart mit Hg2 besetzt, daß immer zwei Reihen von Lücken besetzt

und zwei Reihen unbesetzt bleiben, wodurch die Ausbildung der Oktaederdoppelketten verwirklicht wird. Diese Ketten stehen zu den Ketten der übernächsten Schichten auf Lücke und werden über die Atome Hg^1 in den oben beschriebenen speziellen Lücken der frei bleibenden Schichten verknüpft. Da in der Packung nur n solcher speziellen Lücken vorhanden sind (gemeinsame Kante von 2n Tetraederlücken) und nur 1/4 dieser Lücken besetzt sind, ist nur eine 2- dimensionale Verknüpfung zu Schichten möglich.

Die Stöchiometrie der Verbindung ergibt sich zu:

1/2 der Oktaederlücken jeder 2. Schicht,	=	1/4
1/4 der speziellen Lücken " " ,	=	1/8
ergibt insgesamt		3/8

was der gefundenen Stöchiometrie entspricht.

Die Abb.17 zeigt die Verknüpfung der Oktaederdoppel-

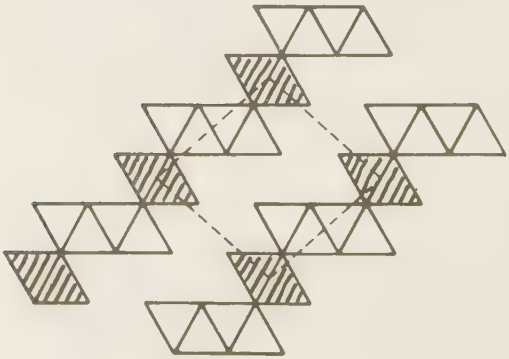


Abb.17
Schematische Darstellung der Verknüpfung der Oktaederdoppelketten (hell) über die speziellen Polyeder (schraffiert).

ketten (hell) über die speziellen Polyeder der Hg1-Atome (dunkel) zu Schichten. Die Umrisse der Elementarzelle sind gestrichelt eingezeichnet.

Ein ähnliches Verknüpfungsprinzip sog. Doppelrutilketten liegt auch in der Struktur des Doloresit [78] $V_3O_4(OH)_4$ vor.

3.1.9. Untersuchungen an Rubidium- und Cäsiumcyanatomercuraten

Eine einfache Darstellung der gewünschten Verbindungen durch Umsetzung binärer Hg(II)- Salze mit Alkalicyanat gelang bei den höheren Homologen, wegen der Löslichkeit der Produkte nicht. Es wurden daher Umsetzungen methanolischer $Hg(NCO)_2$- Lösungen mit methanolischen bzw. wäßrigen Lösungen dieser Alkalimetallcyanate versucht.
Es ließen sich folgende Verbindungen synthetisieren:

$RbHg(NCO)_3$

Aus methanolischen $Hg(NCO)_2$- und RbNCO- Lösungen im stöchiometrischen Verhältnis 1:1 kristallisiert beim isothermen Verdunsten unter Feuchtigkeitsausschluß die Verbindung $RbHg(NCO)_3$ aus. Die aus der Mutterlauge isolierten klaren, langgestreckten Kristallprismen sind nach dem Absaugen und Trocknen über P_2O_5 unter Licht- und Feuchtigkeitsausschluß haltbar.
Durch Einwirkung von Feuchtigkeit, teilweise beim Verreiben der Kristalle, erfolgt eine Umwandlung in eine weitere Phase, die auch aus Methanol- Wasser-Gemischen darstellbar ist.

$Rb_2Hg_3(NCO)_4$

Ein Gemisch aus Lösungen von $Hg(NCO)_2$ in CH_3OH und von RbOCN in H_2O trübt sich langsam beim isothermen Verdunsten unter Bildung von Hydrolysenprodukten des $Hg(NCO)_2$.

Zur Abtrennung der die Trübung hervorrufenden Schwebstoffe wurde folgende Technik angewandt: die zur Kristallisation überlassene Lösung wurde nicht, wie üblich in einer Petrischale mit flachem Boden, sondern auf einem Uhrglas mit gewölbtem Boden zur Kristallisation stehen gelassen. Durch ihr Eigengewicht sinken diese Hydrolysenprodukte nach unten und häufen sich in der Mitte des Uhrglases an. Die vom Rand her nach innen wachsenden Kristalle sind größtenteils von diesen Zersetzungsprodukten befreit. Für röntgenographische Untersuchungen fanden sich am Rand einige Exemplare, die oberflächlich nur leicht verunreinigt waren. Die Analysenwerte dieser so isolierten Kristalle waren wegen der Verunreinigungen, z.B. mit HgO, in eindeutiger Weise verfälscht. Die Hg- Analysenwerte lagen jeweils um 2- 4% zu hoch, die C, N und Rb- Werte entsprechend zu tief.

Zusammenfassung

Es zeigte sich, daß analog den entsprechenden Kaliumcyanatomercuraten, abhängig vom Lösungsmittel zwei

Verbindungen auskristallisieren. In wasserfreiem Methanol wird der Trikomplex $RbHg(NCO)_3$ gebildet, in Gegenwart von H_2O kristallisiert die Verbindung $Rb_2Hg_3(NCO)_8$ in abgeflachten Nadeln aus. Eine vollständige Trennung beider Phasen, wie beim Kalium beschrieben, gelingt jedoch nicht. Wie die Pulverdiagramme zeigen, sind beide Verbindungen jeweils mit der anderen Phase geringfügig verunreinigt. Eine Abtrennung ist nur durch mechanisches Verlesen der sich äußerlich stark unterscheidenden Spezies möglich.
Stöchiometrisch anders zusammengesetzte Verbindungen ließen sich trotz weitgehender Variation der Mengenverhältnisse der Ausgangskomponenten nicht darstellen.

<u>$Cs_2Hg_3(NCO)_8$</u>

Die Verbindung $Cs_2Hg_3(NCO)_8$ konnte aus dem CH_3OH/H_2O-Gemisch in der beim $Rb_2Hg_3(NCO)_8$ beschriebenen Weise auskristallisiert werden. Die Darstellung eines entsprechenden Trikomplexes gelang nicht, beim Einengen methanolischer Lösungen wurden nur Gemische der eingesetzten Verbindungen CsOCN und $Hg(NCO)_2$.

7.1.9.1. Röntgenographische Charakterisierung

$RbHg(NCO)_3$ kristallisiert aus methanolischen Lösungen in langgestreckten, vierseitigen Kristallprismen aus. Durch DE-JOUNG- und PRECESSION- Aufnahmen eines Prismas konnten folgende Gitterparameter ermittelt werden. Im Röntgenlicht trat merkliche Zersetzung der Verbindung ein. Nach ca. 4 Tagen Belichtungszeit zeigte der verwendete Kristalle keine Reflexe mehr.

$RbHg(NCO)_3$

Formelgewicht:	412,1
Habitus:	farblose, langgestreckte Prismen, Wachstum $\parallel [010]$
Raumgruppe:	P nma - D_{2h}^{16} (Nr.62 der Int.Tab.)

Verfeinerte Gitterkonstanten aus 21 standardisierten

Pulverreflexen:	a = 1009,0 ± 0,6 pm
	b = 411,6 ± 0,4 pm
	c = 1820,5 ± 0,8 pm
Volumen:	$756 \cdot 10^6$ pm^3
Formeleinheiten:	4
Dichten:	d_{pyk} = 3,54 g/cm^3;
	$d_{rö}$ = 3,62 g/cm^3;

$RbHg(NCO)_3$ ist isotyp zu $KHg(NCO)_3$. Durch den Einbau des voluminöseren Rb- Atoms vergrößert sich die Zelle nur geringfügig.

$\underline{Rb_2Hg_3(NCO)_8}$ kristallisiert aus wäßrig- methanolischen Lösungen in Form von stark abgeflachten Nadeln aus. Die Verbindung zersetzt sich wie $RbHg(NCO)_3$ langsam im Röntgenlicht. Durch einen vollständigen Satz von DE- JOUNG- und PRECESSION- Aufnahmen an der EXPLORER- Kamera konnten die Gitterparameter der triklinen Verbindung bestimmt werden. Die Umrechnung der ermittelten reellen und reziproken Größen ergab ein in sich geschlossenes System [79]. Die linienreiche GUINIER- Aufnahme konnte nicht eindeutig indiziert werden.

$Rb_2Hg_3(NCO)_8$

Formelgewicht:	1108,9
Habitus:	abgeplattete Kristallnadeln
	Wachstum ∥ [001]
Lauegruppe:	$P\bar{1} - C_i$ (Nr.2 der Int.Tab.)

Gitterkonstanten aus Einkristallaufnahmen

	$a = 1093$ pm $\quad \alpha = 86{,}0^\circ$
	$b = 1066$ pm $\quad \beta = 85{,}5^\circ$
	$c = 402$ pm $\quad \gamma = 93^\circ$
Volumen:	$465 \cdot 10^6$ pm^3
Formeleinheiten	1
Dichten:	$d_{pyk} = 4{,}1$ g/cm^3;
	$d_{rö} = 3{,}94$ g/cm^3;

$Rb_2Hg_3(NCO)_8$ ist isotyp zu der Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$. Bei fast identischen Winkeln ist die Zelle nur geringfügig vergrößert.

$Cs_2Hg_3(NCO)_8$ kristallisiert aus wäßrig- methanolischen Lösungen in farblosen Plättchen ohne regelmäßige Kanten aus. Die Gitterabmessungen der triklinen Zelle wurden am Diffraktometer bestimmt. Mit den erhaltenen Werten konnten von der linienreichen GUINIER- Aufnahme einige vordere Linien eindeutig indiziert werden. Da die übrigen Linien Koinzidenzen zeigten, konnten keine verfeinerten Gitterkonstanten berechnet werden.

$Cs_2Hg_3(NCO)_8$

Formelgewicht:	1203,7
Habitus:	klare Kristallplättchen ohne ausgeprägte Kanten
Lauegruppe:	$P\bar{1} - C_i$ (Nr.2 der Int.Tab.)

Gitterkonstanten von Diffraktometer

	a = 1098 pm	$\alpha = 86{,}7^\circ$
	b = 999 pm	$\beta = 79{,}2^\circ$
	c = 914 pm	$\gamma = 88{,}3^\circ$
Volumen:	$984 \cdot 10^6$ pm^3	
Formeleinheiten:	2 bei einer Röntgendichte $d_{rö} = 4{,}04$ g/cm^3;	

$Cs_2Hg_3(NCO)_8$ ist nicht mehr isotyp zu den entsprechenden Rb- und K- Verbindungen. Bei gleicher Stöchiometrie und wahrscheinlich gleichem Aufbau, tritt hier, neben einer leichten Verzerrung, eine Verdopplung der Zelle in der c- Richtung auf. Wegen der schlechten Qualität der Kristalle konnte eine begonnene Messung am Diffraktometer nicht vollendet werden.

3.1.10. Untersuchungen an Kaliumchlorocyanatomercuraten

L.BIRKENBACH und H.KOLB [6] beschrieben drei gemischte Chlorocyanatomercurate, die sie als N- $KCl \cdot Hg(NCO)_2$, O- $KCl \cdot Hg(NCO)_2$ und $KCl \cdot Hg(NCO)_2 \cdot H_2O$ bezeichneten. Die Isocyanatoverbindung erhielten die Autoren sowohl aus methanolischer $Hg(NCO)_2$- Lösung und KCl als auch durch Umsetzung von $HgCl_2$ mit KOCN in H_2O. Der primär bei dieser Reaktion gebildete Niederschlag wurde, aufgrund der erhaltenen IR- Spektren (siehe auch Kap. 3.2), als Cyanatoverbindung angesprochen, durch Umkristallisieren in H_2O soll Isomerisierung in die über das N- Atom gebundene Isocyanatoverbindung eintreten. Als Zwischenprodukt wurde, in nicht näher eingehender Beschreibung, das oben genannte Doppelsalz der ungewöhnlichen Stöchiometrie erhalten.
Wegen der eingangs diskutierten Zweifel einer Bindungsisomerie der Cyanatgruppe gegenüber Hg(II), wurden erstens die von den Autoren beschriebenen Verbindungen röntgenographisch und spektroskopisch untersucht und zweitens untersucht, ob weitere, bisher unbekannte Cyanatochloromercurate gebildet werden können.

3.1.10.1. Präparatives

Es wurden drei gemischte Chlorocyanatomercurate isoliert und röntgenographisch charakterisiert. Da die von den oben genannten Autoren beschriebenen Ergebnisse nur teilweise bestätigt werden konnten, sollen an dieser Stelle die reproduzierbaren Ergebnisse kurz aufgeführt werden:

a. Aus wäßrigen Lösungen von $HgCl_2$ fällt durch Zugabe von KOCN- Lösung quantitativ ein feinkristalliner Niederschlag der Zusammensetzung $KHg(NCO)_2Cl$. Die Verbindung kann unzersetzt in H_2O umkristallisiert werden. Auch durch mehrmaliges Umkristallisieren konnte keine Isomerisierung festgestellt werden, alle Fraktionen zeigen identische Pulverdiagramme und IR- Spektren.

b. Kristallisiert man obige Verbindung in Acetonitril um, so erhält man eine weitere Modifikation dieser Verbindung -β-$KHg(NCO)_2Cl$- in Form von schuppigen Kristallplättchen. Die gleiche Phase erhält man ebenfalls durch Re-Reaktion von methanolischer $Hg(NCO)_2$- Lösung mit KCl oder durch Reaktion von $HgCl_2$ mit einem Überschuß an KOCN im gleichen Lösungsmittel.

c. Äquimolare wäßrige Lösungen von $HgCl_2$ und KOCN trüben sich unter Bildung geringer Mengen des schwerlöslichen α-$KHg(NCO)_2Cl$ (die Verbindung

fällt quantitativ erst bei Zugabe von zwei Mol KOCN). Entwässert man die Lösung im Exsikkator über H_2SO_4, so kristallisiert die Verbindung $KHgCl_2(NCO)\cdot H_2O$ in sternförmigen Kristallbüscheln über dem, durch die Trübung entstandenen, feinkristallinen Rückstand aus und kann leicht von diesem durch Ablösen mit dem Spatel abgetrennt werden. Im Pulverdiagramm des Rückstandes kann das oben erwähnte α-$KHg(NCO)_2Cl$ und $HgCl_2$ nachgewiesen werden. Das Kristallwasser ist fest gebunden und wird über P_2O_5 nicht abgegeben. Das Pulverdiagramm der thermisch entwässerten Phase zeigt nur Linien des $HgCl_2$. Folglich zersetzt sich die Verbindung durch H_2O- Abgabe in die Ausgangskomponenten.

3.1.10.2. Röntgenographische Charakterisierung der Chlorocyanatomercurate

α-$KHg(NCO)_2Cl$ kristallisiert aus wäßrigen Lösungen in langgestreckten, unregelmäßigen Prismen aus. Durch DE- JOUNG- und PRECESSION- Aufnahmen konnten folgende Gitterparameter bestimmt werden:

Formelgewicht:	359,19
Raumgruppe:	P nma - D_{2h}^{16} (Nr. 62 der Int. Tab.)

Gitterkonstanten (aus Einkristallaufnahmen):

a = 947 pm
b = 413 pm
c = 1706 pm

Volumen: $667 \cdot 10^6$ pm^3

Dichte für Z = 4 $d_{rö}$ = 3,56 g/cm^3;

<u>β-$KHg(NCO)_2Cl$</u> kristallisiert aus CH_3CN in schuppigen Kristallplättchen aus. DE- JOUNG- Aufnahmen eines Plättchens, gedreht um eine Kante in der Plättchenebene, ergaben folgende Gitterparameter:

Formelgewicht: 359,19

Raumgruppe: P nma - D_{2h}^{16} (Nr. 62 der Int. Tab.)

Gitterkonstanten (aus Einkristallaufnahmen):

a = 1740 pm
b = 615 pm
c = 1221 pm

Volumen: $1306 \cdot 10^6$ pm^3

Dichte für Z = 8 $d_{rö}$ = 3,63 g/cm^3;

<u>$KHgCl_2OCN \cdot H_2O$</u> kristallisiert aus wäßrigen Lösungen in klaren, prismatischen Nadeln aus, die oft Verzwillingung aufwiesen. Es konnten folgende Gitterparameter bestimmt werden:

Formelgewicht: 370,6

Raumgruppe: P nma - D_{2h}^{16} (Nr. 62 der Int. Tab.)

Gitterkonstanten (aus Einkristallaufnahmen):

	a = 421 pm
	b = 1337 pm
	c = 1211 pm
Volumen:	682 10^6 pm^3
Dichte für Z = 4	$d_{rö}$ = 3,59 g/cm^3;

Diskussion

Die aus H_2O erhältliche Verbindung α-$KHg(NCO)_2Cl$ kristallisiert isotyp zu der entsprechenden Tricyanatoverbindung $KHg(NCO)_3$ und ist als Doppelsalz $KCl \cdot Hg(NCO)_2$ anzusehen, d.h. die im $KHg(NCO)_3$ isoliert liegenden NCO- Gruppen (dort als Nr.2 bezeichnet) lassen sich durch Cl^-- Ionen ersetzen. Das Bestreben des Hg(II) zur Ausbildung von Hg-N-Bindungen ist dem zur Ausbildung von Hg-Cl-Bindungen vergleichbar, da sowohl die Dicyanatochloroverbindung mit isolierten Cl^-- Ionen (α-KHg(NCO)Cl) als auch die Dichlorocyanatoverbindung, in der es zu keiner Ausbildung kovalenter Hg-N-Bindungen kommt (siehe Kap. 3.2), in wäßriger Lösung darstellbar ist. Mit den schwereren homologen Halogenidionen kommt es stets zu einem Ersatz der kovalent gebundenen Cyanatgruppen durch die Halogenidionen, da einerseits bei der Anfertigung der KBr-Presslinge ein Austausch der Liganden zu beobachten war und andererseits aus Lösungen der Cyanatoverbindungen mit J^-- Ionen sofort HgJ_2 ausfällt.
Die lösungsmittelabhängige Polymorphie der Verbindung

$KHg(NCO)_2Cl$ zeigt im Vergleich zu den Kristallisationsbedingungen der Verbindungen $KHg(NCO)_3$ und $K_2Hg_3(NCO)_8$, daß die Polarität des Lösungsmittels nicht das entscheidende Kriterium für das Ausmaß der Bildung digonaler $Hg(NCO)_2$- Einheiten ist. Wurde bei den Cyanatomercuraten im polareren Lösungsmittel H_2O die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ mit stärker ausgeprägten digonalen Baueinheiten gebildet, so kristallisiert das β-$KHg(NCO)_2Cl$, in dem nach Aussage des IR- Spektrums stärker kovalente $Hg(NCO)_2$- Einheiten vorliegen als in der α- Form, bevorzugt aus organischen Lösungsmitteln.

3.1.11. Untersuchungen der Reaktionsprodukte von $Hg(CN)_2$ mit Alkalimetallhalogeniden und -pseudohalogeniden

3.1.11.1. Allgemeines

Die Darstellung gemischter Anionenkomplexe bietet einen direkten Vergleich der Strukturchemie dieser Liganden, besonders bei Zentralatomen mit ausgezeichneten Koordinationspositionen, wie sie z.B. das Hg(II)- Ion aufweist. Das Bestreben dieses Ions, gegenüber bestimmten, meist elektronegativen Liganden zweifache, digonale Koordination auszubilden, gibt eine Erklärung für die erstaunliche Stabilität der Verbindung mit der Stöchiometrie $AHg(CN)_2X$. Aus wäßrigen Lösungen mit einem stöchiometrischen Verhältnis $c_{Hg^{2+}} : c_{CN^-}$ gleich 1 : 2 und beliebigem Alkalimetallhalogenid bzw.-pseudohalogenidüberschuß (Alkali = Na^+, K^+, Rb^+, Cs^+ und Halogenid = Cl^-, Br^-, J^- bzw. Pseudohalogenid = SCN^-, OCN^-, und N_3^-) kristallisieren diese Verbindungen mit unterschiedlichem Kristallwassergehalt aus. Bei höheren CN^-- Konzentrationen werden bevorzugt die bekannten Verbindungen $AHg(CN)_2$ bzw. $A_2Hg(CN)_4$ - abhängig vom Alkalimetall- erhalten, nur in Gegenwart von J^- werden auch gemischte Verbindungen erhalten. Die Tabelle 13 zeigt eine Übersicht der bisher beschriebenen Verbindungen $AHg(CN)_2X \cdot nH_2O$.

$NaHg(CN)_2OH$ (80)	$KHg(CN)_2OH$ (86)	-	-
$NaHg(CN)_2Cl$ (81,82)	$KHg(CN)_2Cl$ (82,87)	-	-
$NaHg(CN)_2Cl \cdot 1,25H_2O$ (83)	$KHg(CN)_2Cl \cdot H_2O$ (88)	-	-
$NaHg(CN)_2Cl \cdot 2H_2O$ (84)	-	-	-
$NaHg(CN)_2Br \cdot H_2O$ (83,93)	$KHg(CN)_2Br$ (82,87,88)	-	-
$NaHg(CN)_2Br \cdot 2H_2O$ (84)	$KHg(CN)_2Br \cdot xH_2O$ (89)	-	-
$NaHg(CN)_2J$ (85)	$KHg(CN)_2J$ (90,28)	$RbHg(CN)_2J$ (1)	$CsHg(CN)_2J$ (1)
$NaHg(CN)_2J \cdot 2H_2O$ (83)	-		-
$NaHg(CN)_2SCN \cdot H_2O$ (84)	$KHg(CN)_2SCN$ (86,93)	-	-
$NaHg(CN)_2N_3 \cdot 2H_2O$ (86)	$KHg(CN)_2N_3$ (91)	-	-

Tab. 13 Bisher beschriebene Verbindungen $AHg(CN)_2X \cdot nH_2O$

3.1.11.2. <u>Über Kristallwassergehalt und Isotypiebeziehungen Halogenid = Cl^-</u>

Die Chlorodicyanomercurate kristallisieren für Alkalimetall = K^+ und Rb^+ als Monohydrate der Zusammensetzung $AHg(CN)_2Cl\ H_2O$ aus wäßrigen Lösungen aus. Andere Verbindungen lassen sich bei dem gegebenem stöchiometrischen Verhältnis ($c_{Hg^{2+}} : c_{CN^-}$) nicht darstellen. Bei den dehydratisierten Verbindungen handelt es sich durchwegs um Gemische der binären Ausgangsverbindungen ACl und $Hg(CN)_2$. Aus den erhaltenen Pulverdaten ergeben sich keine Beziehungen zu den entsprechenden Pseudohalogenodicyanomercuraten.

Für Alkalimetall = Cs^+ kristallisiert die wasserfreie Verbindung $CsHg(CN)_2Cl$ aus, deren tetragonale Zelldimensionen (Raumgruppe $P\ 4_2$) zu a = 947 pm und c = 3790 pm bestimmt wurden. Mit A^+ gleich Na^+ kristal-

lisiert, analog den anderen Halogenidionen, die Verbindung $NaHg(CN)_2Cl \cdot 2H_2O$ aus wäßrigen Lösungen aus. Die Raumgruppe wurde von JONES [92] mit $P\bar{1}$ angegeben, die Gitterparameter zu a = 657 pm, b = 988 pm, c = 341 pm, $\alpha = 89^\circ 51'$, $\beta = 103^\circ 20'$ ermittelt.

Halogenid = Br^-, J^-

Die entsprechenden Natriumbromo- bzw. Natriumjodomercurate kristallisieren als Dihydrate der Formeln $NaHg(CN)_2Br \cdot 2H_2O$ bzw. $NaHg(CN)_2J \cdot 2H_2O$ aus. Die Verbindungen verlieren bereits nach dem Isolieren aus der Mutterlauge an der Luft Teile des Kristallwassers und konnten röntgenographisch nicht weiter untersucht werden. Die vollständige Wasserabgabe (thermisch bei 150° oder im Exsikkator über P_2O_5) führt ebenfalls nur zu einem Gemisch der binären Ausgangskomponenten. Für Alkalimetall gleich K^+, Rb^+ und Cs^+ kristallisieren alle Verbindungen wasserfrei aus und sind isomorph zu der von D.KRUSE [28] aufgeklärten Verbindung $KHg(CN)_2J$.

5.1.11.2. Doppelsalzcharakter der Halogenodicyanomercurate

Daß die Alkalimetallhalogenodicyanomercurate keine Komplexverbindungen sind, sondern als Doppelsalze der Formel $AX \cdot Hg(CN)_2$ mit den Gitterbausteinen A^+, X^- und $Hg(CN)_2$ aufzufassen sind, soll am Beispiel der entsprechenden Jodoverbindungen anhand einer Betrachtung ihres Molvolumes in Relation zur Summe der Molvolumina der Ausgangsverbindungen AJ und $Hg(CN)_2$ verdeutlicht werden. (siehe auch Kap. 2.6)

Verbindung	V_{mol}	$\sum V^i_{mol}$	Differenz(%)	Lit.
$KJ \cdot Hg(CN)_2$	173,0	191,3	-9,6%	28
$RbJ \cdot Hg(CN)_2$	184,2	202 0	-8,8%	1
$CsJ \cdot Hg(CN)_2$	197,5	215,5	-8,1%	1

Tab.14 Betrachtung der Volumeninkremente der Alkalimetalljodid- Quecksilbercyanid Doppelsalze (V_{mol}: 10^6 pm^3/ Formeleinheit)

Der Zusammenhang zwischen Kationengröße und Volumenkontraktion läßt vermuten, daß mit zunehmendem Radius des Gegenions A^+ die Ausbildung von komplexen Anionen $\left[Hg(CN)_2J_n\right]^{n-}$ begünstigt wird. In der Tat sind einige Tetraalkylammoniumjododicyanomercurate $NR_4Hg(CN)_2J$ isotyp den entsprechenden Tricyanomercuraten, in denen verzerrte $^1_\infty\left[Hg(CN)_2(CN)_{2/2}\right]$-Tetraederketten vorliegen [103].

3.1.11.4. Untersuchungen im System NaOCN - $Hg(CN)_2$

Aus wäßrigen Lösungen der beiden Ausgangsverbindungen im stöchiometrischen Verhältnis $c_{NaOCN} : c_{Hg(CN)_2}$ gleich 1:1 kristallisiert bei isothermer Verdunstung wegen der raschen Hydrolyse des NaOCN bevorzugt nur $Hg(CN)_2$ aus. Mit einem Überschuß NaOCN (2:1 bis 10:1) wird die Kristallisation von $Hg(CN)_2$ zurückgedrängt zu Gunsten einer neuen einkristallinen Verbindung, die als $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ identifiziert wurde. Die Verbindung kristallisiert in farblosen, unregelmäßig sechsseitigen Plättchen aus; aus heiß gesättigten $Hg(CN)_2$- und NaOCN- Lösungen (Überschuß!) werden feine Nadeln erhalten. Das Auftreten stöchiometrisch anders zusammengesetzter Verbindungen wurde nicht beobachtet. Die Darstellung wasserfreier Verbindungen durch Umsetzung in organischen Lösungsmitteln gelang nicht, es fielen jeweils nur feinkristalline Gemische der Ausgangskomponenten an. Die Verbindung ist im Gegensatz zu den entsprechenden Bromo- und Jodoverbindungen luftstabil, erst im Exsikkator über P_2O_5 wird das Kristallwasser abgegeben. Das Pulverdiagramm des entwässerten Rückstandes zeigt das Vorliegen eines Gemisches der Ausgangskomponenten an. Thermisch verläuft die Abgabe des Kristallwassers in zwei Stufen, das Isolieren des primär gebildeten Monohydrates gelang jedoch nicht. Die Wasserabgabe führt ebenfalls

zu einem Gemisch von NaOCN und $Hg(CN)_2$, das sich erst bei 300° weiter zersetzt.

Röntgenographische Charakterisierung

Ein vollständiger Satz von Einkristallaufnahmen eines Kristallplättchens, gedreht um [010], einer Kante in der Plättchenebene, ergab folgende Gitterparameter.

Formelgewicht:	353,7
Habitus:	farblose Plättchen, Ebene [100]
Lauegruppe:	P 2/m
Verfeinerte Gitterkonstanten aus 23 standardisierten Pulverreflexen:	$a = 937{,}6 \pm 0{,}3$ pm $b = 375{,}8 \pm 0{,}2$ pm $c = 582{,}7 \pm 0{,}3$ pm $\beta = 90{,}14^\circ \pm 0{,}05^\circ$
Volumen:	$205{,}3 \cdot 10^6$ pm^3
Formeleinheiten:	1
Dichten:	$d_{pyk} = 2{,}64$ g/cm^3 $d_{rö} = 2{,}85$ g/cm^3;
Molvolumina:	$V_{mol} = 205 \cdot 10^6$ pm^3 $\sum V^i_{mol} = 215$ " " $\Delta = -4{,}9\%$.

Erstellung eines Datensatzes

Zur Messung gelangte ein annähernd quadratisches Plättchen der Dimensionen $50 \times 200 \times 200\ \mu m$, das orthogonal zur Plättchenebene justiert wurde.
Mit einem linearen Massenschwächungskoeffizienten $\mu = 192\ cm^{-1}$ ($\mu \cdot R_{max} = 3{,}84$; $\mu \cdot R_{min} = 0{,}96$) berechnen sich Absorptionsfaktoren zwischen 74,56 ($\vartheta = 0^\circ$) und 41,15 ($\vartheta = 20^\circ$). Insgesamt wurden 1284 Reflexe im Bereich $0^\circ \leq \vartheta \leq 23^\circ$ am automatischen Einkristalldiffraktometer gemessen.
Nach der Mittelung verblieben 298 unabhängige Reflexe, von denen keiner kleiner als 3σ war.
Eine Absorptionskorrektur wurde nicht durchgeführt.

Modellfindung und Strukturverfeinerung

In der zentrischen Raumgruppe P 2/m läßt sich kein chemisch sinnvolles Modell aufstellen, da die einzähligen Punktlagen (Nr. 1a bis 1h der Int. Tab.) stets die Punktsymmetrie 2/m besitzen. Die einzige denkbare Anordnung wäre die, daß die C- Atome der NCO- Gruppe wie die Hg- und Na- Atome diese Symmetriezentren besetzen, und die N- bzw. O- Atome in statistischer Verteilung gemeinsam eine identische allgemeine Lage besetzen. In der Tat wurde in einer DIFFERENZEN- FOURIER- Rechnung mit der

trivialen Lösung, Schweratom Hg im Ursprung, das Maximum der Elektronendichte des C- Atomes auf der speziellen Lage 0, 1/2, 1/2 und für die N- bzw. O- Atome nur jeweils ein Maximum berechnet, so daß die Auswahl zwischen 2 azentrischen Modellen nicht gegeben war. Die Lagen aller übrigen Atome, außer den Lagen der H- Atome, konnten ebenfalls dieser DIFFERENZEN- FOURIER- Rechnung entnommen werden.
Eine Verfeinerung mit diesen Atomen erbrachte nach Anfügen anisotroper Temperaturfaktoren, einen R- Wert von 3,92%. Aus einer höher auflösenden DIFFERENZEN-FOURIER- Rechnung konnten die Lagen der H- Atome einwandfrei ermittelt werden, von einer Verfeinerung mit diesen Atomen wurde abgesehen. In der azentrischen Raumgruppe P m, in der die N- bzw. O- Atome der Cyanatgruppen nicht mehr äquivalent sind, erbrachte eine Verfeinerung bei Festhaltung aller schweren Atome keinen günstigeren R- Wert, was auf eine statistische Anordnung der NCO- Gruppen schließen läßt.
Die Tabelle 15 zeigt die endgültigen Atomkoordinaten mit den Matrixelementen der anisotropen Temperaturfaktoren. Die Tabelle 16 gibt die wichtigsten Bindungsabstände und -winkel wieder.

Atom	x y z	β_{11} β_{12} β_{13}	β_{22} β_{23}	β_{33}
Hg	0 0 0	0.0023(2) 0.0 0.00003	0.051(1) 0.0	0.0211(4)
Na	0.5 0 0.5	0.005(2) 0.0 0.00004	0.073(2) 0.0	0.081(8)
C_1	0.199(2) 0 0.128(4)	0.004(3) 0.0 0.00005	0.092(2) 0.0	0.041(7)
C_2	0 0.5 0.5	0.011(5) 0.0 0.00005	0.068(4) 0.0	0.037(9)
N_1	0.315(3) 0 0.198(4)	0.008(4) 0.0 0.00005	0.121(3) 0.0	0.037(9)
N,O_2	0.074(2) 0.5 0.661(3)	0.011(3) 0.0 0.00005	0.096(2) 0.0	0.054(6)
O_3	0.378(2) 0.5 0.696(3)	0.006(2) 0.0 0.00005	0.083(2) 0.0	0.065(6)
H_1	0.39 0.50 0.84			
H_2	0.28 0.50 0.68			

Tab. 15 Atomkoordinaten und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren (Standardabweichungen in Klammern). Atomlagen der H- Atome aus einer Differenzenfourierrechnung.

Abstände (pm)

[illegible]	[illegible]	[illegible]	C_1-[illegible]	116(1)	CN^--Gruppe
[illegible]	252(2)	[illegible]	C_2-N,O	120(1)	NCO^- "
Na-N_1	247(2)	2-fach	O_3-H_1	92	
Na-O_3	248(2)	4-fach	O_3-H_2	85	
			N,O -H_2	198	
			N,O -H_2-O_3	290	H-Brückenbindung

[illegible]

∡ [illegible]-Hg-[illegible] [illegible]°

∡ Hg-[illegible]-[illegible] 179°

∡ H_1-O_3-H_2 104°

Tab. 16 Wichtige Bindungsabstände und -winkel der Verbindung $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$. Standardabweichungen in Klammern.

Strukturbeschreibung und -diskussion

Wie die Anwesenheit der zwei starken Donorliganden CN^- pro Hg(II)- Atom erwarten ließ, sind in der Struktur der Verbindung $NaHg(CN)_2NCO \cdot 2H_2O$, wie in den Strukturen aller folgenden Dicyanopseudohalogenomercurate, digonal koordinierte $Hg(CN)_2$- Baueinheiten neben Na^+ bzw. OCN^- Ionen und H_2O- Molekülen vorhanden. Die Verbindung ist daher als Doppelsalz $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ aufzufassen. Die Abbildung 18 zeigt eine Projektion der Elementarzelle auf die a,c- Ebene, die Abbildung 19 zeigt eine ORTEP- Zeichnung.

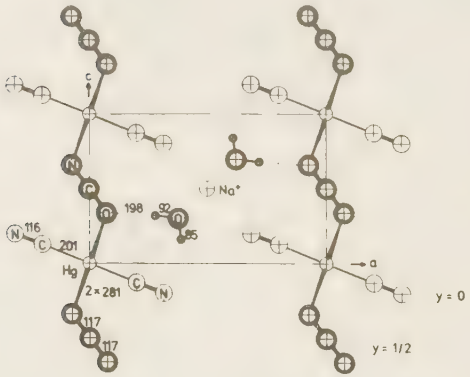


Abb. 18
Projektion des Zellinhaltes von $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ auf die a,c- Ebene

Die effektive Koordinationszahl [51] des Hg(II)-Atoms erhöht sich durch zusätzliche Ausbildung von vier weiteren Bindungen zu den nicht unterscheidbaren N- bzw. O- Atomen der Cyanatgruppen

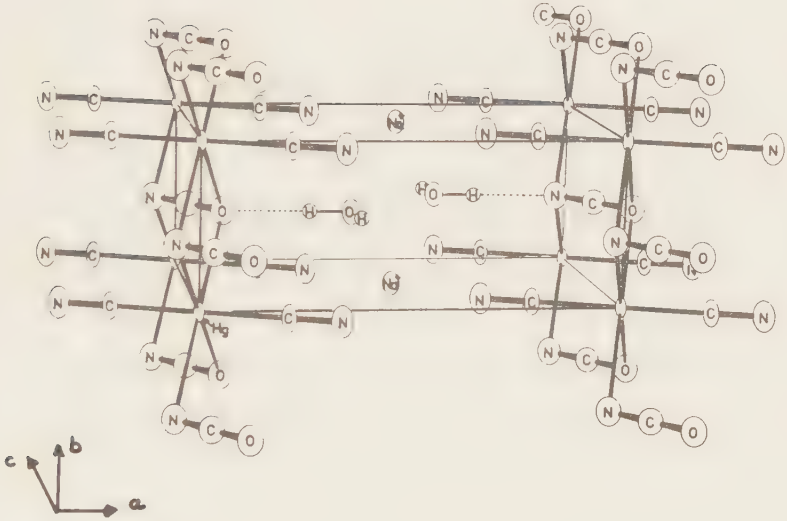


Abb. 19 ORTEP- Zeichnung der Elementarzelle des $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

im Abstand von 282 pm auf sechs. Hierbei kommt es zur Ausbildung von $^1_\infty[Hg(CN)_2(NCO)_{4/4}]$ Oktaederschichten, wie sie auch in der Struktur der Verbindung α-NH_4HgCl_3 vorliegen. Die Stapelung dieser Schichten erfolgt direkt übereinander, wobei die einzelnen Oktaeder zur Vermeidung von N-N- Kontakten um ca. 32° aus der Schichtebene in Richtung der c- Achse hingekippt sind.(Abb. 20). Bei der Verbindung NH_4HgCl_3 dagegen, kommt es

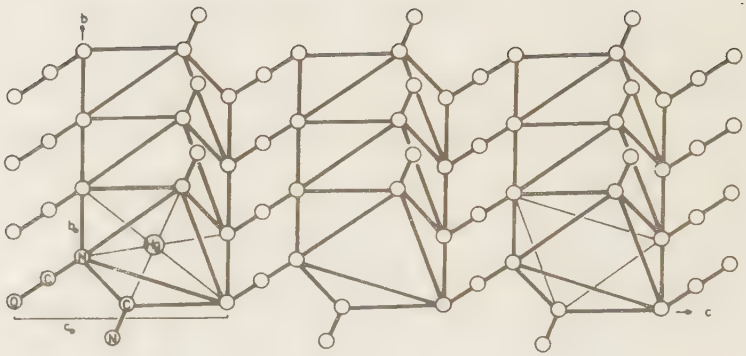


Abb. 20 Verknüpfung zu $^{1}_{\infty}[Hg(CN)_2(NCO)_{4/4}]$- Oktaederschichten

wegen der orthogonalen Anordnung der Oktaeder zu recht kurzen Cl-Cl- Abständen von 327 pm. [43].
Die Cyanatgruppen treten als Brückenliganden mit einer end-to-end- Verknüpfung auf, wie auch in der Struktur der Verbindung $[Ni_2(N_4C_6H_{21})_2(NCO)_2][B(C_6H_5)_4]_2$ gefunden wurde [21].

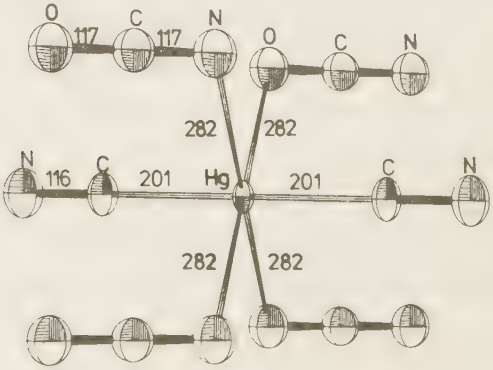


Abb.21 Koordination des Hg- Atoms in der Verbindung $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ (Angaben in pm).

Innerhalb der $Hg(CN)_2$- Hanteln sind die Abstände d(Hg-C) = 201,5 pm und d(C-N) = 116 pm fast identisch mit den im binären Quecksilbercyanid [94] gefundenen. Das bedeutet, daß die zusätzliche Koordination der $Hg(CN)_2$- Hanteln durch die vier OCN^-- Ionen wenig Einfluß auf die Bindungsabstände hat. Auch die Linearität der $Hg(CN)_2$- Baugruppe deckt sich mit der Annahme einer sp^2- Hybridisierung am Hg und den spektroskopischen Befunden.

Zwischen den N- und O- Atomen der Cyanatgruppen ist, wie bereits dargelegt nicht zu unterscheiden, so daß auf eine statistische Anordnung der sowieso nur schwach koordinierenden NCO^-- Gruppen geschlossen werden muß. Die Bindungsabstände d(C-N) = d(C-O) = 117 pm liegen im Bereich der Mittelwerte der bisher gefundenen C-N- und N-O- Abstände.

Der Zusammenhalt der Schichten erfolgt über die Na^+- Ionen, die fast regulär oktaedrisch von zwei endständigen N- Atomen der $Hg(CN)_2$- Baueinheiten im Abstand von 247 pm und vier H_2O- Molekülen im Abstand 248 pm koordiniert werden (siehe Abb. 22). Die H_2O- Moleküle sind je zwei Na^+- Ionen benachbarter Elementarzellen gemeinsam, so daß das Koordinationsoktaeder um die Na^+- Ionen mit der Formel ${}^1_\infty[Na(CN)_{2/1}(OH_2)_{4/2}]$ beschrieben werden kann.

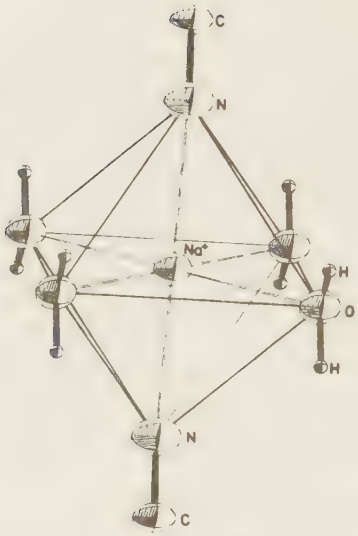


Abb.22
Oktaedrische Umgebung des Na^+- Ions in der Verbindung $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

Durch die Fixierung der H- Atome ist die Orientierung der H_2O- Moleküle im Kristallverband erkennbar. Die beiden einsamen Elektronenpaare zeigen annähernd in Richtung der Na^+- Ionen, wobei der Na-O-Na- Winkel 98° beträgt. Die tetraedrische Umgebung der O- Atome (2 Na^+ bei 248 pm und 2 H- Atome bei 92 bzw. 85 pm) gleicht der, die in der Verbindung $K_2HgCl_4 \cdot H_2O$ [52] durch Neutronenbeugungsuntersuchungen gefunden wurde (siehe Tabelle 17 und Abbildung 23).

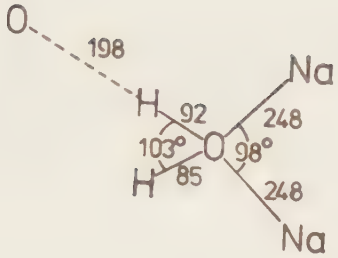


Abb.23
Umgebung der
O- Atome der H_2O-
Moleküle

Verbindung	Abstände		Winkel	
$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$	$2Na^+$	248 pm	Na-O-Na	98°
	2H	92/85 pm	H-O-H	104°
$K_2HgCl_4 \cdot H_2O$ [52]	$2K^+$	286 pm	K-O-K	88°
	2H	95 pm	H-O-H	108°
Mittelwerte [95]	2H	96 pm	H-O-H	108°
(statistische Auswertung von ca. 40 mit Neutronenbeugung untersuchten kristallwasserhaltigen Verbindungen)				

Tab. 17 Umgebung der O- Atome in verschiedenen Gittern

Die Ausbildung von H- Brückenbindungen nur eines H- Atomes erklärt auch die unterschiedlichen O-H-Bindungsabstände, obgleich die Positionen der nicht verfeinerten H- Atomlagen nur grob ermittelt werden konnten. Die Länge der H- Brückenbindungen zu den N,O- Atomen der Cyanatgruppen beträgt 290 pm, ein Wert der in ähnlicher Größenordnung beispielsweise im Mineral Gips bestimmt wurde (Abb. 24).

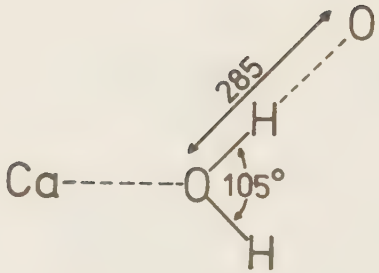


Abb.24
Länge der H- Brückenbindung in $CaSO_4 \cdot 2H_2O$

Der relativ kurze O-H- Abstand zu dem H- Atom, das nicht an der H- Brückenbindung beteiligt ist (H2), kann durch folgende Annahmen erklärt werden. Während die Elektronendichte des H- Atoms H1 ziemlich lokalisiert auf der Spiegelebene bei y = 1/2 berechnet wurde (Verschmierung der Elektronendichte längs b ~0,3 pm), beträgt die Ausdehnung der berechneten Elektronendichte in dieser Richtung für das Atom H2 ca. 110 pm, mit anderen Worten, die Elektronendichte ist stark in der y- Richtung verschmiert. Dies kann daher rühren, daß für dieses H- Atom zwei Plätze vorhanden sind (mit einem durchschnittlichen Abstand von 95 pm bei y = 0,38 und 0,62), die statistisch besetzt werden bzw. zwischen denen eine relativ niedrige Energieschwelle besteht (siehe Abb. 25).

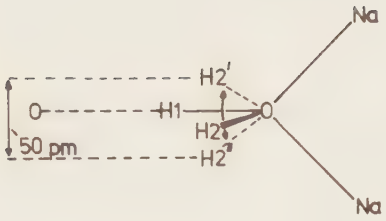


Abb.25 Zur Lage der H- Atome (näheres siehe Seite 106).

3.1.11.5. Untersuchungen am System $KOCN - Hg(CN)_2$

Präparatives

Aus wäßrigen Lösungen von $Hg(CN)_2$ und KOCN kristallisiert bei einem stöchiometrischen Verhältnis $c_{Hg(CN)_2}$: $c_{KOCN} \leq 1$ die Verbindung $KHg(CN)_2NCO$ in farblosen Prismen aus. Die Verbindung ist luftstabil, im Gegensatz zu den Cyanatomercuraten tritt auch im Röntgenlicht keine Graufärbung ein. Anders stöchiometrisch zusammengesetzte Verbindungen lassen sich nicht darstellen. Auch durch Reaktion von $Hg(NCO)_2$ mit zwei Mol KCN kann diese Verbindung neben überschüssigem KOCN erhalten werden. Zur Ausbildung eines gemischten Tetrakomplexes kommt es nicht. Bei höheren CN^-- Konzentrationen kristallisiert bevorzugt die Verbindung $K_2Hg(CN)_4$ aus.

Röntgenographische Charakterisierung

Durch einen vollständigen Satz von Einkristallverbindungen konnten folgende Gitterparameter ermittelt werden:

$KHg(CN)_2NCO$

Formelgewicht:	333,7
Habitus:	farblose Prismen, Wachstum parallel [100]
Raumgruppe:	C mcm - D_{2h}^{17} (Nr.63 der Int. Tab.)

Verfeinerte Gitterkonstanten aus 27 standardisierten

Pulverreflexen:	$a = 401{,}8 \pm 0{,}1$ pm
	$b = 1863{,}0 \pm 0{,}5$ pm
	$c = 858{,}8 \pm 0{,}3$ pm
Volumen:	$642{,}9 \cdot 10^6$ pm^3
Formeleinheiten:	4
Dichten:	$d_{pyk} = 3{,}25$ g/cm^3
	$d_{rö} = 3{,}43$ g/cm^3
Molvolumen:	$V_{mol} = 160{,}7\ 10^6$ pm^3
	$\sum V^i_{mol} = 167{,}0$ " "
	$\Delta = -3{,}8\%$

Die Volumenabnahme läßt auf das Vorliegen eines Doppelsalzes schließen.

Erstellung eines Datensatzes

Zur Messung am Diffraktometer wurde eine Kristallkugel mit einem Radius R = 180 μm angefertigt. Mit einem linearen Massenschwächungskoeffizienten von $\mu = 250$ cm^{-1} ($\mu \cdot R = 2{,}25$) errechnen sich Absorptionsfaktoren von 19,37 ($\vartheta = 0^\circ$) und 13,90 ($\vartheta = 25^\circ$). Insgesamt wurden 2608 Reflexe im Bereich $0^\circ \leq \vartheta \leq 25^\circ$ gemessen, davon manche bis zu achtmal. Nach der Mittelung verblieben 353 symmetrieäquivalente Reflexe, davon wiederum 127 mit $F_o < 3\sigma$.

Modellfindung und Strukturverfeinerung

Ein Vergleich mit den Gitterparametern der Verbindung $KHg(CN)_2J$ deutete auf eine Verwandtschaft der Strukturen hin, zumal die spezielle Bedingung für starke Reflexe (l = 2n für alle hkl) auf eine Besetzung der speziellen Lage im Symmetriezentrum mit dem Schweratom Hg hinweisen. Eine LEAST-SQUARES- Rechnung mit dem Schweratom auf der Lage 4a, analog der Verbindung $KHg(CN)_2J$, ergab einen R- Wert von 24% und bestätigte im Prinzip die obigen Annahmen, jedoch mißlang der Versuch der weiteren Verfeinerung mit den Kaliumparametern der obigen Verbindung. Es zeigte sich also, daß die Atomparameter nicht ohne weiteres übernommen werden konnten. Durch eine DIFFERENZEN- FOURIER- Rechnung mit dem Hg- Atom wurde die Lage des K^+- Ions mit y = 0,74 ermittelt, einem Wert zu dem die anfänglichen LEAST-SQUARES- Rechnungen nicht hinschoben. Eine Verfeinerung erbrachte einen deutlich besseren R- Wert, durch anschließende DIFFERENZEN-FOURIER- Rechnungen konnten die Lagen aller leichten Atome gefunden werden. Die abschließende Verfeinerung mit anisotropen Temperaturfaktoren konvergierten bei einem R- Wert von 7,75%. Wegen der relativ hohen Zahl von Nullreflexen wurde kein besserer R- Wert erwartet. Die Verschiebungen im letzten Zyklus lagen unter 1% der Standardabweichungen. In der Tabelle 18 sind die endgültigen Atomkoordinaten in

Bruchteilen der orthorhombischen Gitterkonstanten mit den Matrixelementen der anisotropen Temperaturfaktoren enthalten. Die Tabelle 19 gibt die wichtigen Bindungsabstände und Winkel wieder.

Atom	x y z	β_{11} β_{12} β_{13}	β_{22} β_{23}	β_{33}
Hg	0 0 0	0,052(1) 0,0 0,0	0,00124(5) -0,00009(6)	0,01132(2)
K	0 0,7471(2) 0,25	0,036(4) 0,0 0,0	0,0026(2) 0,0	0,011(1)
O_1	0 0,342(1) 0,25	0,054(2) 0,0 0,0	0,0016(6) 0,0	0,017(4)
C_1	0 0,409(2) 0,25	0,03(2) 0,0 0,0	0,0064(1) 0,0	0,003(3)
N_1	0 0,475(2) 0,25	0,11(4) 0,0 0,0	0,003(1) 0,0	0,018(7)
C_2	0 0,108(1) 0,048(3)	0,07(1) 0,0 0,0	0,0010(3) -0,0004(1)	0,010(1)
N_2	0 0,167(1) 0,068(3)	0,06(2) 0,0 0,0	0,003(1) -0,002(3)	0,014(3)

Tab.18 Atomkoordinaten und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren der Verbindung $KOCN \cdot Hg(CN)_2$ (Standardabweichungen in Klammern)

Abstand bzw. Winkel	$Hg(CN)_2$	$KJ \cdot Hg(CN)_2$	$KOCN \cdot Hg(CN)_2$	$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$
d(Hg-C)	201,5	207,9	205,4(2)	201
d(C-N)	113,7	104,6	111,3	116
d(Hg-X)	274	338	297,5(7)	282
∢C-Hg-C	175°	180°	180°	180°
∢Hg-C-N	177°	176,5°	177°	178,8°
Lit.	(94)	(28)	-	-

Tab. 19 Wichtige Bindungsabstände und -winkel in $KOCN \cdot Hg(CN)_2$. Weitere Abstände sind den Abbildungen 28 und 30 zu entnehmen. Zum Vergleich sind die entsprechenden Werte einiger verwandter Strukturen angegeben.

Strukturbeschreibung

Die Struktur der Verbindung $KHg(CN)_2NCO$ ist aus drei Baueinheiten, $Hg(CN)_2$- Molekülen, NCO^-- Anionen und K^+- Kationen aufgebaut, wobei die NCO^--Gruppen noch schwach an die $Hg(CN)_2$- Einheiten koordiniert sind. Wie die Betrachtung der Volumeninkremente schon andeutete, wird die Struktur, wie bei der entsprechenden Natriumverbindung, einer Beschreibung als Doppelsalz eher gerecht. Die Abbildung 26 zeigt eine Projektion der Elementarzelle auf die b,c- Ebene, in der die fast parallel zur c- Richtung ausgerichteten $Hg(CN)_2$- Hanteln gut zu erkennen sind.

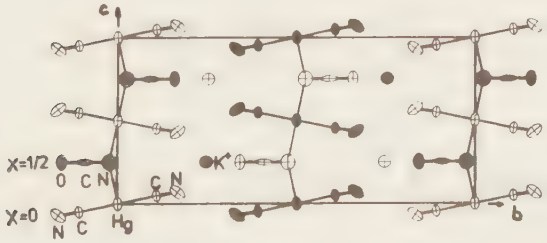


Abb. 26 Projektion der Elementarzelle auf die b,c- Ebene. Helle Kreise: x = 0; dunkle Kreise: x = 1/2.

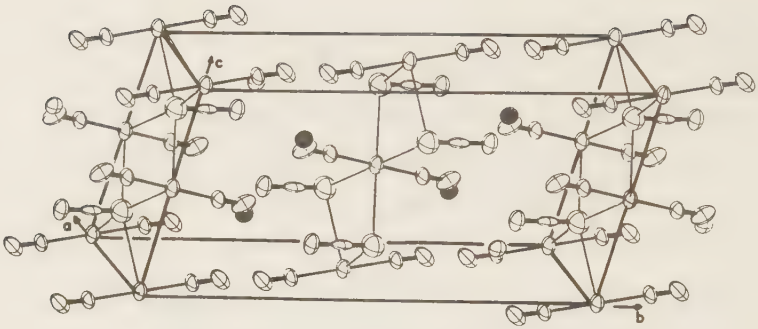


Abb. 27 Elementarzelle von $KOCN \cdot Hg(CN)_2$ (K^+- Atome dunkel)

Durch die Ausbildung der vier schwachen Bindungen der endständigen N- Atome zu den $Hg(CN)_2$- Einheiten wird die effektive Koordination des Hg(II)- Atoms sechsfach(siehe Abb. 28).

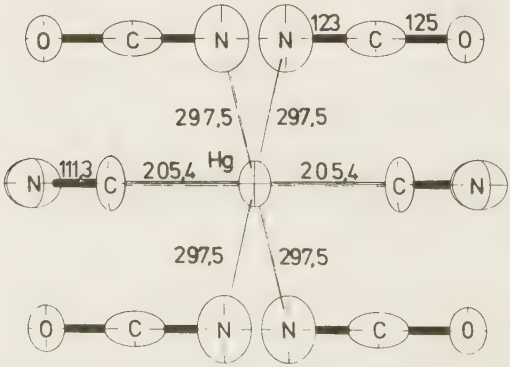


Abb.28 Koordination des Hg- Atoms in der Verbindung $KOCN \cdot Hg(CN)_2$ (Angaben in pm).

Im Unterschied zur vorhergehenden Na- Verbindung bewirken die Cyanatgruppen nur über ein Atom (von den beiden röntgenographisch ununterscheidbaren endständigen Atomen wird dieses wegen der größeren negativen Partialladung als N- Atom angesehen) die Verknüpfungen der $Hg(CN)_2$- Baueinheiten. Der Oktaeder um das Hg- Atom weicht, abgesehen von der Stauchung nur unwesentlich von der Idealgeometrie ab (Winkeldeformation 0,13°). Die Bindungsabstände innerhalb der $Hg(CN)_2$- Einheiten differieren nur wenig von denen im binären $Hg(CN)_2$ bzw. in den bisher bekannten $AX \cdot Hg(CN)_2$- Verbindungen (Tab.19). Die vier längeren Bindungen zu den Cyanatgruppen liegen aber noch deutlich unter der Summe der VAN-DER-WAALS- Radien mit ca. 315 pm. Durch diese Brückenfunktion der Cyanatgruppen erfolgt ein Aufbau von ${}^{2}_{\infty}[Hg(CN)_2(NCO)_{4/4}]$- Oktaederschichten, die im Unterschied zur vorigen Na- Verbindung abwechselnd zueinander in Richtung der c- Achse gekippt sind (siehe Abb. 29). Der Zusammenhalt der Schichten wird über die Kaliumionen bewirkt, die von zwei O- Atomen O1 im Abstand 267,8(2) pm und vier endständigen N- Atomen N2 der $Hg(CN)_2$- Hanteln (Abstand 295,2(2) pm) in Form eines verzerrten trigonalen Prismas umgeben sind. Zwei weitere N- Atome vor zwei der drei Seitenflächen dieses Prismas im Abstand 316,6(3) pm er-

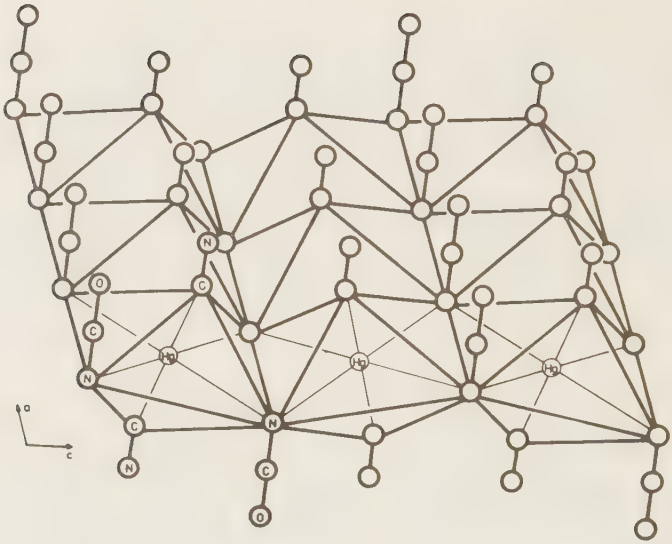


Abb. 29 $^{2}_{\infty}[Hg(CN)_2(NCO)_{4/4}]$- Oktaederschichten in der Struktur des $KOCN \cdot Hg(CN)_2$.

höhen die Koordination auf acht. Die dritte Seite des Prismas bleibt unzentriert. Zwischen den zuletztgenannten Abständen bis zu den nächstliegenden N- Atomen befindet sich die größte Lücke der Koordinationssphäre.

Im Gegensatz zum α-NH_4HgCl_3 und der vorher besprochenen Natriumverbindung sind die einzelnen Oktaederschichten nicht direkt übereinander (Spitze auf Spitze), sondern um 1/2 in der kurzen c- Achse versetzt angeordnet. Eine direkte gruppentheoretische Beziehung zwischen diesen, in ihrem Aufbau sehr

verwandten Strukturen ist nicht erkennbar.

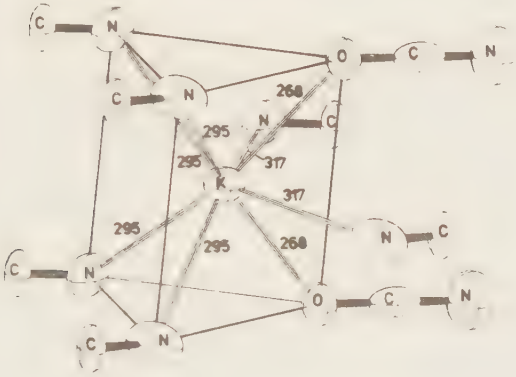


Abb. 30 Koordinationspolyeder um die K^+- Ionen. Neben dieser Darstellung ist die äquivalente quadratisch- antiprismatische Umgebung ebenfalls zu erkennen.

3.1.11.6. Untersuchungen am System $RbOCN-Hg(CN)_2$

Präparatives

Durch Einengen wäßriger Lösungen von $Hg(CN)_2$ und RbOCN, dargestellt durch Umsetzung von RbCl mit AgNCO in H_2O, wurde ein graues, feinkristallines Pulver erhalten, das durch wiederholtes Aufnehmen in H_2O und isothermes Verdunsten des Lösungsmittels im Exsikkator über P_2O_5 von Verunreinigungen befreit werden konnte. Die Verbindung wurde als $RbHg(CN)_2NCO$ identifiziert. Mehrere Ansätze mit variablen stöchiometrischen Ansätzen ergaben nur die obige Verbindung. Die Pulveraufnahme konnte mit der Annahme einer Isotypie zu $KOCN \cdot Hg(CN)_2$ indiziert werden. Die wichtigsten Daten sind in folgender Tabelle zusammengefaßt.

$RbOCN \cdot Hg(CN)_2$

Formelgewicht:	380,14
Habitus, Eigenschaften:	klare, prismat. Kristalle Zersetzung an feuchter Luft und durch Lichteinwirkung; gut wasserlöslich
Raumgruppe:	C mcm - D_{2h}^{17} (Nr.62 der Int.Tab.)

Aus 22 indizierten Pulverdaten ermittelte Gitterkonstanten:

$a = 418{,}2 \pm 0{,}3$ pm
$b = 1894{,}6 \pm 1{,}0$ pm
$c = 866{,}3 \pm 0{,}4$ pm

Volumen: $685 \cdot 10^6$ pm^3

Röntgendichte für Z = 4: $d_{rö} = 3{,}66$ g/cm^3

Molvolumina: $V_{mol} = 171{,}3 \cdot 10^6$ pm^3
$\Sigma V^i_{mol} = 176{,}2$ " "
$\Delta = -2{,}8\%$;

Die Verbindung ist isotyp zu $KOCN \cdot Hg(CN)_2$. Die Zelle ist durch den Einbau der Rb- Atome nur geringfügig aufgeweitet.

Entlang [100] 17 pm = 4%
[010] 36 pm = 2%
[001] 8 pm = 1%

3.1.11.7. Untersuchungen am System $CsOCN - Hg(CN)_2$

Präparatives

Beim isothermen Verdunsten wäßriger Lösungen von 0,01 mol $Hg(CN)_2$ und 0,01 mol CsOCN, dargestellt durch Umsetzung von Cs_2SO_4 mit $Ba(NCO)_2$, kristallisierten neben $Hg(CN)_2$ wenige kompakte, meist sechsseitige Kristallplättchen aus. Die formale Zusammensetzung wurde zu $CsHg(CN)_2OCN \cdot H_2O$ bestimmt. Bei H_2O- Abgabe über P_2O_5 oder beim Erhitzen über 150° zerfällt die Verbindung in das Gemisch der binären Komponenten $Hg(CN)_2$ und CsOCN. Stöchiometrisch anders zusammengesetzte Verbindungen werden auch bei Alkalicyanatüberschuß nicht gebildet.

Röntgenographische Charakterisierung

Ein vollständiger Satz von Einkristallaufnahmen eines Kristallplättchens, gedreht um eine Achse der Plättchenebene, ergab folgende Parameter:

Formelgewicht:	445,6
Habitus:	sechsseitige Plättchen, Normale der Ebene [100]
Raumgruppe:	$C\ 2/c - C_s^4$ (Nr.9 der Int. Tab.)

Gitterkonstanten (vom Diffraktometer)

a = 1831,6 pm
b = 841,9 pm
c = 1073,7 pm
β = 93,6°

Volumen: $1652 \cdot 10^6$ pm^3

Dichte: $d_{rö} = 3{,}47$ für $Z = 8$

Molvolumina: $V_{mol} = 206{,}5\ 10^6\ pm^3$

$\Sigma V^{i}_{mol} = 218$ " "

$\Delta = -5{,}4\%$

Strukturuntersuchung

Im Gegensatz zu den homologen Verbindungen $CsHg(CN)_2X$ mit $X = Br^-$, J^-, SCN^- (siehe Übersicht und folgende Kapitel), die analog den Kalium- und Rubidiumsalzen im Strukturtyp des $KHg(CN)_2J$ kristallisieren, findet bei $X = OCN^-$ eine Symmetrieerniedrigung nach C 2/c statt. Gleichzeitig mit einer Verdopplung des Zellinhaltes wird zusätzlich ein Molekül Wasser eingebaut. Wie bei den homologen Verbindungen der niederen Alkalimetalle, werden auch hier $Hg(CN)_2$- Einheiten die charakteristischen Strukturmerkmale darstellen, zumal eine Betrachtung der Molvolumina auf das Vorliegen einer Additionsverbindung $CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$ hinweist. Eine Strukturuntersuchung ist hier trotzdem von Interesse, da zu klären ist, ob die H_2O- Moleküle in Konkurrenz zu den OCN^-- Ionen zur effektiven Koordination des Hg(II) beitragen, oder ob, wie bei der Natriumverbindung ein Aufbau von $^2_\infty[Hg(CN)_2(NCO)_{4/4}]$ - Oktaederschichten analog den wasserfreien Verbindungen erfolgt und die H_2O- Moleküle nur zur Koordination der Alkalimetallionen beitragen.

Erstellung eines Datensatzes

Zur Messung am Diffraktometer gelangte eine Kristallkugel (R = 80 μm), von der im Bereich $0^\circ \leq \vartheta \leq 30^\circ$ in der gesamten Reflexionskugel insgesamt 5712 Reflexe gemessen wurden. Nach der Mittelung verblieben 773 unabhängige Reflexe, davon 48 kleiner 3σ.
Mit einem linearen Massenschwächungskoeffizienten $\mu = 236\ cm^{-1}$ ($\mu \cdot R = 1{,}89$) wurden Absorptionsfaktoren zwischen 12,51 (für $\vartheta = 0^\circ$) und 9,246 (für $\vartheta = 30^\circ$) berechnet.
Das Strukturmodell wurde mit PATTERSON- Methoden ermittelt und die Lagen der leichten Atome durch DIFFERENZEN- FOURIER- Rechnungen gefunden. Die LEAST-SQUARES- Verfeinerung erbrachte mit anisotropen Temperaturfaktoren einen R- Wert von 6,02%. Die Lagen der H- Atome konnten nicht gefunden werden. Die Tabellen 20 und 21 enthalten die abschließenden Atomkoordinaten mit den Matrixelementen der anisotropen Temperaturfaktoren bzw. die wichtigen Bindungsabstände und -winkel.

Atom	x y z	β_{11} β_{12} β_{13}	β_{22} β_{23}	β_{33}
[illegible]	0,00978(6) 0,25 0,97293(9)	0,00268(8) -0,00027(7) -0,00002(8)	0,0210 0,0004(1)	0,0103(2)
[illegible]	0,2125(1) 0,0421(3) 0,3613(2)	0,00288(8) -0,0010(1) -0,00056(9)	0,0198(4) 0,0002(2)	0,0154(3)
C-SN1	0,112(2) 0,252(3) 0,059(3)	0,004(1) -0,002(2) -0,0006(17)	0,022(7) [illegible]	0,005(3)
C-SN2	0,412(2) 0,252(2) 0,372(3)	0,002(1) -0,[illegible]1(1) -0,001(2)	0,009(5) [illegible]	0,013(4)
[illegible]	0 [illegible] 0,25	0,001(1) 0,0 0,001(3)	[illegible]7(6) [illegible],0	0,018(6)
C-NO2	0 0,444(4) 0,25	0,015(4) 0,0 0,004(3)	0,004(5) 0,0	0,0009(28)
N-SN1	0,168(2) 0,226(3) 0,100(3)	0,005(1) 0,0002(20) -0,0006(1)	0,031(6) -0,00004(27)	0,008(3)
N,C1	0,036(1) 0,049(2) 0,347(3)	0,002(1) -0,0004(15) -0,0005(16)	0,021(6) 0,008(3)	0,016(4)
N,C2	0,041(2) 0,451(3) 0,356(2)	0,008(1) 0,001(2) 0,004(1)	0,024(5) -0,001(3)	0,015(3)
O-H_2O	0,188(1) 0,441(3) 0,378(2)	0,006(1) -0,00001(20) -0,0002(1)	0,032(6) -0,009(3)	0,014(3)

Tab. 20 Atomkoordinaten und Matrixelemente der anisotropen Temperaturfaktoren (Standardabweichungen in Klammern).

Abstände		Winkel	
Hg - C-CN1	263(3) pm	∡ C-CN1 - Hg - C-CN2	174,8°
Hg - C-CN2	205(3) pm		
Hg - N,02	271(2) pm		
Hg - N,01	274(2) pm		
Hg - N,02	288(2) pm		
Hg - N,01	291(2) pm		
Cs - N,01	322(2) pm		
Cs - O-H_2O	325(2) pm		
Cs - N-CN1	326(2) pm		
Cs - N-CN2	327(2) pm		
Cs - N-CN2	330(1) pm		
Cs - O-H_2O	335(2) pm		
Cs - O-H_2O	340(2) pm		
Cs - N-CN1	345(1) pm		
Cs - N-CN1	355(1) pm		
C-CN1 - N-CN1	111(4) pm	∡ Hg - C - N	167°
C-CN2 - N-CN2	110(4) pm	∡ Hg - C - N	171°
OCN Nr.1	O - C = C - N 120(2) pm	linear	
OCN Nr.2	O - C = C - N 132(2) pm		

Tab. 21 Wichtige Bindungsabstände und -winkel
(Standardabweichungen in Klammern)

Diskussion

Wie die anfängliche Betrachtung der Volumeninkremente erwarten ließ, werden in der Verbindung $CsHg(CN)_2NCO \cdot H_2O$ keine $[Hg(CN)_2NCO]^-$- Ionen ausgebildet. $Hg(CN)_2$- Moleküle sind neben NCO^-- Anionen und K^+- Kationen strukturbestimmend. Die Verbindung ist daher, wie die anderen Alkalimetall(pseudo)halogenodicyanomercurate als Doppelsalz $CsNCO \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$ aufzufassen. Die Abbildung 31 zeigt eine Seitenansicht der Elementarzelle, in der Abbildung 32 ist die effektive Koordination des Quecksilbers dargestellt. Wie bei den homologen Na-, K- und Rb- Verbindungen kommt es durch zusätzliche Koordination

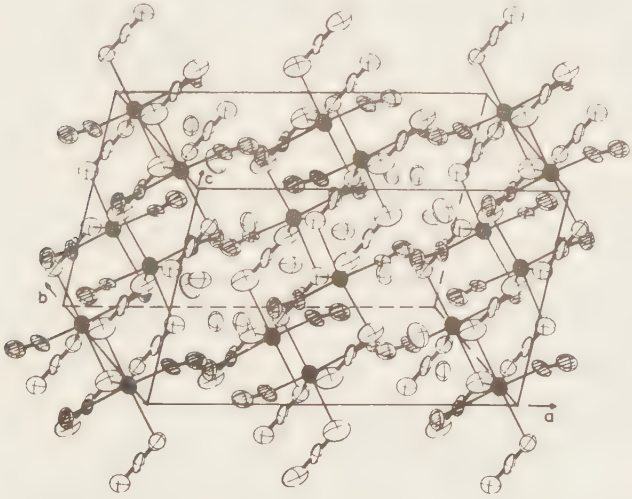


Abb. 31 ORTEP- Zeichnung der Verbindung $CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$

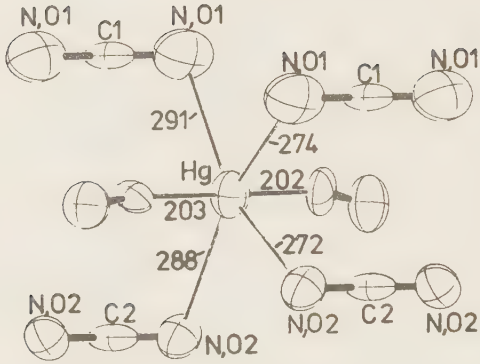


Abb.32
Koordination des Hg- Atoms in der Verbindung $CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$ (Angaben in pm).

der endständigen N- bzw. O- Atome der Cyanatgruppen an die $Hg(CN)_2$- Baugruppen zur Ausbildung von $^2_\infty[Hg(CN)_2(NCO)_{4/4}]$- Oktaederschichten. Daß der Zusammenhalt in diesen Schichten, trotz der aufgeweiteten Hg-Hg- Abstände, zwischen den $Hg(CN)_2$- Einheiten (bedingt durch den Einbau der voluminöseren Cs^+- Ionen), im Vergleich zu den homologen Verbindungen (Tabelle 22) nicht vermindert wird, wird durch die end-to-end- Koordination der Cyanatgruppen erreicht. So kommt es zu keiner Aufweitung der Hg-X- Abstände bzw. zu einer Ausbildung von isolierten Baugruppen.

Die Umgebung der Cs^+- Ionen ist neunfach, d.h. die größte Lücke der Koordinationssphäre befindet sich nach dem Abstand von 355 pm (siehe Abb.33). Ein regelmäßiges Koordinationspolyeder ist nicht zu erkennen.

Verbindung	Hg-Hg Abstand	Hg-X- Abstand	Schicht-abstand.
$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$	582,7/375,5	282	938
$KOCN \cdot Hg(CN)_2$	429/402	297,5	932
$RbOCN \cdot Hg(CN)_2$	433/418	-	947
$CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$	537/421	272 bis 291	916

Tab. 22 Charakteristische Abstände einiger Pseudohalogeno-dicyanomercurate (Angabe in pm)

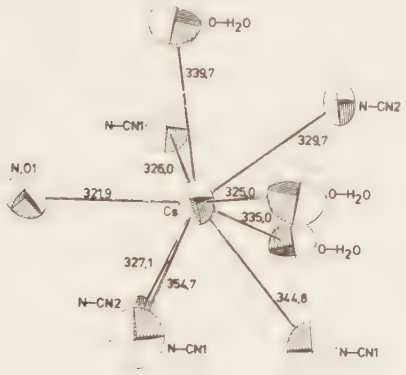


Abb. 32
Umgebung des Cs- Atoms in $CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$

Die Bindungsabstände innerhalb der $Hg(CN)_2$- Hanteln mit d(Hg-C) = 203 und 205 pm und d(C-N) = 110 bzw. 111 pm entsprechen den Abständen, die bisher in digonal koordinierten Hg-CN- Verbindungen gefunden wurden. Während die Abstände innerhalb der Cyanatgruppe Nr.1 mit 120 pm in Einklang mit bisher ermittelten C-N- und C-O- Abständen stehen, konnten die Lagen der zweiten Cyanatgruppe, die den H_2O- Molekülen benachbart liegt, nur ungenau ermittelt werden.

Bei beiden Cyanatgruppen sind N- bzw. O- Atome ununterscheidbar und werden innerhalb der, durch die Lagen der Schweratome vorgetäuschten zentrischen Raumgruppe, über eine C_2- Achse ineinander übergeführt. In der DIFFERENZEN-FOURIER- Rechnung wurden nur zwei symmetrieäquivalente Maxima berechnet, so daß auf eine statistische Anordnung wie in der Verbindung $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ geschlossen werden kann.

4.1.1.8. Untersuchungen an Dicyanothiocyanato-mercuraten

NaSCN - $Hg(CN)_2$

Aus heiß gesättigten Lösungen von $Hg(CN)_2$ und NaSCN kristallisiert ab einem stöchiometrischen Verhältnis $c_{NaSCN} : c_{Hg(CN)_2} \geq 1$ eine kristallwasserhaltige Verbindung der formalen Zusammensetzung $NaHg(CN)_2SCN \cdot nH_2O$ in prismatischen Kristallnadeln aus. Die Verbindung verliert bereits beim Isolieren aus der Mutterlauge Teile des Kristallwassers. Der durch TG- Analyse ermittelte Wassergehalt einiger kurz über Filterpapier abgepreßter Kristalle, lag je nach Trocknungsgrad zwischen 9% und 14%, entsprechend 2- 3 Mol H_2O. Die DTA zeigt in diesem Gebiet der thermischen Wasserabgabe drei exotherme Peaks. Beim Erhitzen über 150° oder im Exsikkator über P_2O_5 wird das Kristallwasser vollständig abgegeben. Die Wasserabgabe erfolgt kontinuierlich, Abbauprodukte mit geringerem Wassergehalt konnten nicht isoliert werden. Nach vollständiger Wasserabgabe liegt ein Gemisch der Ausgangsverbindungen $Hg(CN)_2$ und NaSCN vor. Auch in organischen Lösungsmitteln gelang es nicht, eine definierte Verbindung zu isolieren. In Acetonitril wird ein Addukt mit einem Mol CH_3CN pro Formeleinheit gebildet. Die klaren, regelmäßig sechseckigen Kristallplättchen sind nur unter dem Lösungsmittel beständig. An der Luft zer-

zetzen sie sich in das Gemisch von NaSCN und $Hg(CN)_2$. Es handelt sich hierbei nicht um das in der Literatur noch umstrittene Acetonitriladdukt des $Hg(CN)_2$ [96]. Beide Verbindungen wurden wegen ihrer Instabilität röntgenographisch nicht näher untersucht.

KSCN - $Hg(CN)_2$

Nach A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA [91] können aus wäßrigen Lösungen der Ionen Hg^{2+}, K^+, CN^-, und SCN^- drei Verbindungen erhalten werden, wobei die Kristallisationsbedingungen vom stöchiometrischen Verhältnis $c_{Hg^{2+}} : c_{CN^-}$ abhängen sollen. Bei einem Verhältnis $c_{CN^-} : c_{Hg^{2+}} \leq 4 : 1$, also aus Lösungen von $Hg(SCN)_2$ mit einem Überschuß an KCN, kristallisiert die Verbindung $K_2Hg(CN)_4$, bei einem Verhältnis von 2 : 1 und beliebigem KSCN Überschuß die Verbindung $KHg(CN)_2SCN$. Aus äquimolaren Lösungen von $Hg(SCN)_2$ und KCN soll noch die Verbindung $KHg(SCN)_2CN$ zu erhalten sein.

Die Bildung der letzteren Verbindung konnte nicht bestätigt werden. Aus Ansätzen in diesem stöchiometrischen Verhältnis wurden nur Gemische der Verbindungen $KHg(CN)_2SCN$ und KSCN erhalten, wie durch die Pulverdiagramme leicht zu belegen war.

Da sich die Angaben der Autoren nur auf Analysen-

werte beschränken, kann vermutet werden, daß sie ebenfalls nur Gemische erhielten, zumal diese bei Kristallisation aus heißen, wäßrigen Lösungen recht homogen erscheinen. Die röntgenographischen Daten der Verbindung $KHg(CN)_2SCN$ sind in Tabelle 23 zusammengefaßt.

RbSCN - $Hg(CN)_2$

Aus heißen, konzentrierten Lösungen von $Hg(CN)_2$ in H_2O, gesättigt mit einem Überschuß RbSCN, kristallisiert beim Abkühlen die Verbindung $RbHg(CN)_2SCN$ in farblosen, prismatischen Kristallen aus. In der Annahme einer Isotypie zu der entsprechenden Kaliumverbindung konnte das Pulverdiagramm indiziert werden. Die ermittelten Gitterparameter sind in Tab. 23 enthalten.

CsSCN - $Hg(CN)_2$

Aus heiß gesättigten, wäßrigen Lösungen von $Hg(CN)_2$ versetzt mit einem Überschuß CsSCN kristallisiert beim Abkühlen die Verbindung $CsHg(CN)_2SCN$)in farblosen, fiedrigen Kristallen aus. Beim längeren isothermen Verdunsten des Lösungsmittels können kompakte Kristalle erhalten werden. Die Verbindung läßt sich im Gegensatz zu den übrigen gemischten Mercuraten unzersetzt in CH_3OH oder C_2H_5OH umkristallisieren. Das Pulverdiagramm konnte analog der Rb-Verbindung indiziert werden. Mit ergänzenden Ein-

kristallaufnahmen wurde die Isotypie zu $KHg(CN)_2SCN$ bestätigt.

Verbindung		$KSCN \cdot Hg(CN)_2$	$RbSCN \cdot Hg(CN)_2$	$CsSCN \cdot Hg(CN)_2$
Formelgewicht		349,8		443,6
Raumgruppe		C mcm	C mcm	C mcm
Gitterkonst.	a	425,9 ± 0,2	445,6 ± 0,3	465,5 ± 0,3
(pm)	b	1902,5 ±0,9	1938,2 ±0,9	1979,3 ±1,0
	c	913,8 ± 0,9	897,6 ± 0,6	888,6 ± 0,6
Volumen[a)]		740,3	775,3	818,8
Dichten[b)]		3,12	3,15	3,58
V_{mol} [a)]		185,1	193,6	204,6
ΣV^{i}_{mol} [a)]		186,9	197,4	208,5
Δ		-1,0%	-1,9%	-1,9%

a) 10^6 pm^3

b) g/cm^3

Tab. 23 Gitterparameter der Verbindungen $AHg(CN)_2SCN$
A = K,Rb und Cs

Diskussion

Nach der Aussage der Molvolumina sind auch diese Verbindungen als Doppelsalze der Formel $ASCN \cdot Hg(CN)_2$ mit A^+ = K^+, Rb^+ und Cs^+ aufzufassen. Sie kristallisieren alle isotyp zu der Verbindung $KJ \cdot Hg(CN)_2$. Dies ist im Falle der Cs- Verbindung umso erstaunlicher, da sowohl in der Tricyano- als auch in der Trithiocyanatoverbindung trigonal- planare Baugruppen ausgebildet werden. In der Dicyanothiocyanatoverbindung hingegen sind digonale $Hg(CN)_2$-Baueinheiten vorherrschend. Die zusätzliche Koordination dieser Baueinheiten durch die SCN^-- Ionen scheint hier ein stärkeres Ausmaß anzunehmen, da diese Verbindung der stabilste Vertreter dieser Verbindungsklasse ist.
Im Gegensatz zu allen anderen vorher beschriebenen gemischten Verbindungen läßt sich diese Verbindung auch unzersetzt in organischen Lösungsmitteln umkristallisieren.

5.1.11.9. Untersuchungen an Dicyanoazidomercuraten

NaN_3 - $Hg(CN)_2$

Aus heiß gesättigten, wäßrigen Lösungen von $Hg(CN)_2$, versetzt mit einem Überschuß an NaN_3, kristallisiert die Verbindung $NaHg(CN)_2N_3 \cdot 2H_2O$ aus. Diese Verbindung erhielten auch PIRRONE und ROSSINI [86]; der angegebene Kristallwassergehalt konnte thermogravimetrisch bestätigt werden. Die Verbindung kristallisiert aus heißen Lösungen in langen, farblosen Nadeln aus; durch langsames Verdunsten des Lösungsmittels können kompakte Kristalle erhalten werden. In wäßrigem Medium wurde bei variablen Ansätzen keine weitere Verbindung erhalten; in organischen Lösungsmitteln fallen nur die Gemische der Ausgangsverbindungen an. Das Kristallwasser ist im Gegensatz zur Cyanatoverbindung recht fest gebunden, im Exsikkator über P_2O_5 wird kein Wasser abgegeben.

Die Verbindung ist auch thermisch beständiger als die Cyanatoverbindung. Unter den Bedingungen der TG-Analyse wird das Kristallwasser erst bei 150° in einem Schritt (!) abgegeben, wobei die Verbindung in ein Gemisch der Verbindungen NaN_3 und $Hg(CN)_2$ zerfällt, das bei ca. 250° verpufft. Das entwässerte

Gemisch nimmt beim Stehenlassen an der Luft reversibel H_2O aus der Atmosphäre auf, unter Zurückbildung der Kristallstruktur.

Durch DE-JOUNG- und PRECESSION- Aufnahmen konnten folgende Gitterparameter ermittelt werden:

Formelgewicht:	353,66
Habitus:	farblose Nadeln, Wachstum parallel [010]
Raumgruppe:	P 2/m

Verfeinerte Gitterkonstanten aus 26 standardisierten

Pulverreflexen:	$a = 948{,}2 \pm 0{,}9$ pm
	$b = 379{,}7 \pm 0{,}5$ pm
	$c = 566{,}1 \pm 0{,}6$ pm
	$= 91{,}2^{\circ} \pm 0{,}07^{\circ}$
Volumen:	$204\ 10^6$ pm^3
Formeleinheiten:	1
Dichten:	$d_{pyk} = 2{,}52$ g/cm^3
	$d_{rö} = 2{,}88$ g/cm^3;
Molvolumina:	$\Sigma V^i_{mol} = 220{,}4\ 10^6$ pm^3 a)
	$\Delta = -7{,}4\%$

a) V_{mol} $(NaN_3) = 57{,}4 \cdot 10^6$ pm^3 97)

Die Verbindung $NaHg(CN)_2N_3 \cdot 2H_2O$ ist isotyp zu der entsprechenden Cyanatoverbindung $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$, d.h. eine Formulierung als Doppelsalz $NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ wird dem Aufbau der Verbindung besser gerecht.

Die Tabelle 24 zeigt einen Vergleich der Gitterparameter der beiden Verbindungen.

	$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$	$NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$
a	937,6	948,2
b	375,8	379,7
c	582,7	566,1
	91,2	90,1

Tab. 24 Vergleich der Gitterkonstanten der isotypen Verbindungen $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ und $NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

Am deutlichsten ist, im Vergleich zur Cyanatoverbindung, die Verkürzung der c- Gitterkonstante erkennbar. Da längs dieser Richtung die Verknüpfung der $Hg(CN)_2$- Hanteln durch die N_3^-- Gruppen verwirklicht wird, deutet der kürzere Hg-Hg- Abstand auf eine stärkere Verknüpfung durch die Ausbildung von zwei Hg-N- Bindungen bei der Azidoverbindung hin. Aus dem selben Grund ist die Kristallstruktur weit beständiger als die Cyanatoverbindung. Die thermische Wasserabgabe erfolgt hier im einem Schritt unter Zusammenbruch der Kristallstruktur. Bei der Cyanatoverbindung erfolgt dagegen zuvor eine Umorientierung der Kristallstruktur, bedingt durch die unterschiedlichen endständigen Atome der Cyanatgruppen und ihr unterschiedliches Bestreben zur Ausbildung von Hg-X- bzw. von H- Brücken-Bindungen.

KN_3 - $Hg(CN)_2$

Aus wäßrigen Lösungen von $Hg(CN)_2$, versetzt mit einem Überschuß KN_3, kristallisiert die von DENIGES [98] beschriebene Verbindung $KHg(CN)_2N_3$ aus. Die Verbindung ist stabil und wie die Na- Verbindung gegen Schlag unempfindlich. Die Verbindung kristallisiert isotyp zu $KOCN \cdot Hg(CN)_2$ mit folgenden Gitterparametern:

Formelgewicht:	333,76
Habitus:	farblose, meist sechsseitige Kristallprismen; Wachstum parallel [100]
Raumgruppe:	C mcm - D_{2h}^{17} (Nr.63 der Int. Tab.)

Gitterkonstanten aus Einkristallaufnahmen:

	a = 403 pm
	b = 1862 pm
	c = 852 pm
Volumen:	$639 \cdot 10^6$ pm^3
Dichte für Z = 4 :	3,45 g/cm^3

3.1.11.10. Zusammenfassende Betrachtung der ternären Halogenodicyanomercurate

Wie die Tabelle 25 zeigt, konnte der größte Teil der Strukturen dieser Verbindungsklasse aufgeklärt werden. Nur die kristallwasserhaltigen Verbindungen $AHg(CN)_2Cl \cdot H_2O$ mit $A = K^+$ und Rb^+, sowie die Azidoverbindungen der höheren Alkalimetalle wurden bisher nicht aufgeklärt.
Insgesamt werden drei Stöchiometrien ausgebildet. Alle Natriumverbindungen kristallisieren unabhängig von Halogenid- oder Pseudohalogenidanion als Dihydrate aus, jedoch sind bisher nur die Verbindungen mit $X = Cl^-$, NCO^- und N_3^- einer röntgenographischen Untersuchung zugänglich. Die Verbindung $NaCl \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ - Raumgruppe $P\bar{1}$ - besitzt eine ähnlich kleine Zelle, wie die Cyanato- bzw. Azidoverbindung, was auf einen isostrukturellen Aufbau hindeuten kann. Die Abbildung 34 zeigt einen Strukturvorschlag nach den von JONES [92] ermittelten Gitterabmessungen. Die Verbindungen mit den größeren Halogenen Br^- und J^- bzw. mit SCN^- sind an der Luft nicht mehr beständig. Durch den Einbau der voluminöseren Ionen kann vermutlich der Zusammenhalt der Schichten über die Natriumionen nicht mehr bewerkstelligt werden, so daß primär weitere Moleküle Wasser eingebaut werden,

<table>
<tr><td>Y=</td><td>A = Na</td><td>K</td><td>Rb</td><td>Cs</td></tr>
<tr><td>Cl</td><td>$AHgX_2Y\ 2H_2O$
P $\bar{1}$ Z =1</td><td colspan="2">$AHgX_2Y\ H_2O$
(a)</td><td>$AHgX_2Y$(b)
P 4 Z =1</td></tr>
<tr><td>Br</td><td rowspan="3">$AHgX_2Y\ xH_2O$
(c)</td><td colspan="3" rowspan="3">$AHgX_2Y$
C mcm Z =4</td></tr>
<tr><td>J</td></tr>
<tr><td>SCN</td></tr>
<tr><td>OCN</td><td>$AHgX_2Y\ 2H_2O$
P 2/m Z =1</td><td colspan="2"></td><td>$AHgX_2Y\ H_2O$
C 2/c Z =8</td></tr>
<tr><td>N_3</td><td></td><td colspan="2">?</td><td>?</td></tr>
</table>

Tab.25 Strukturen der $AHgX_2Y$ ($X = CN^-$) Doppelsalze.

(a) = Struktur noch unbekannt
(b) = nur Gitterparameter ermittelt
(c) = Wassergehalt zwischen 2 und 3, instabil

es aber nicht zur Ausbildung einer sehr stabilen Anordnung kommt.

Der größte Teil der Verbindungen der höheren Alkalimetallkationen kristallisiert isotyp zu $KJ \cdot Hg(CN)_2$, dem bisher einzig vollständig untersuchten Vertreter dieser Verbindungsklasse [28]. Nur bei der Verbindung $CsOCN \cdot Hg(CN)_2$ H_2O wird ein eigener Strukturtyp ausgebildet.

Allen Verbindungen ist gemeinsam, daß sie als Doppelsalze des Typs $AX \cdot Hg(CN)_2 \cdot nH_2O$ n = 0,1 und 2 aufzufassen sind, da im Kristallverband keine $[Hg(CN)_2X]^-$ Ionen ausgebildet werden, sondern $Hg(CN)_2$- Moleküle neben Alkalimetallkationen und (Pseudo)halogenidanionen vorliegen. Bei den kristallwasserhaltigen Verbindungen befindet sich das Wasser stets in der Koordinationssphäre des Alkalimetallkations, trägt also nicht zur Koordination des Hg- Atoms bei.

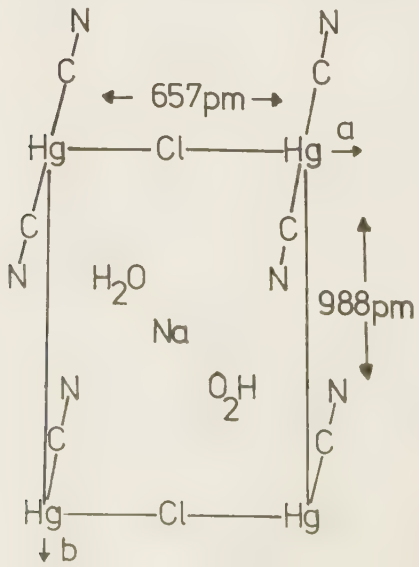


Abb. 34 Strukturvorschlag für die Verbindung $NaCl \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$. Gezeigt ist eine Projektion auf die a-b- Ebene; für Na^+ und $Hg(CN)_2$ z = 0; für Cl^- und H_2O z = 1/2

3.2. Schwingungsspektroskopische Untersuchungen

3.2.1. Allgemeines

Alle im Rahmen dieser Arbeit dargestellten Verbindungen wurden durch IR- und RAMAN- Spektren charakterisiert. Nur bei den stabileren Kaliumcyanatomercuraten konnten interpretierbare Spektren erhalten werden, denn die Rb- und Cs- Verbindungen waren stets mit Zersetzungsprodukten verunreinigt. Alle Cyanatomercurate, und im verstärkten Maße die kristallwasserhaltigen gemischten Pseudohalogenodicyanomercurate, zeigen Zersetzung bei Anregung der RAMAN- Spektren.

3.2.2. Schwingungsspektrum des freien Cyanations

Das freie Cyanation (Symmetrie $C_{\infty v}$) hat 3 Grundschwingungen, die sowohl IR- als auch RAMAN- aktiv sind. Wegen der vergleichbaren Massen der äußeren Atome und ähnlicher Kraftkonstanten (k_{CN}= 15,879·10^2· N m^{-1}; k_{CO}= 11,003·10^2· N m^{-1}) ist eine eindeutige Zuordnung der zwei Valenzschwingungen ν_1 und ν_2 zu den beiden Bindungsdeformationen wie im Thiocyanation nicht mehr zulässig. Wegen der näherungsweisen Symmetrie $D_{\infty h}$ kann man von einer pseudosymmetrischen und einer pseudoasymmetrischen Schwingung sprechen. Die pseudo ν_{as}- Schwingung wird trotzdem in der Literatur vielfach der C-N- Valenzschwingung, die pseudo ν_s- Schwingung der C-O- Valenzschwingung zugeordnet.

Bei ionischen Cyanaten, z.B. im KOCN, erscheint die ν_{as}- Schwingung als starke, breite Bande bei ca. 2165 cm^{-1} die ν_2- Schwingung, die der δ_{NCO}- Deformationsschwingung entspricht, bei ca. 632 cm^{-1}. Die pseudo ν_s- Schwingung (ν_1) findet sich, wegen FERMI- Resonanz mit dem ersten Oberton ($2\nu_2$) der Deformationsschwingung als Doppellinie bei ca. 1207 cm^{-1} und 1298 cm^{-1} (Mittel 1253 cm^{-1}). Unter dem Einfluß der Symmetrieerniedrigung im Kristallverband erfolgt eine starke Verbreiterung der ν_3- Schwingung und eine Aufspaltung der Deformationsschwingung (628 und 637 cm^{-1}).

3.2.3. Einflüsse der Koordination an Metallatome

In zahlreichen Arbeiten wurde versucht, aus der Lage und der Intensität der Banden -im Vergleich zu ionischem Cyanat- auf die Art der kovalenten Bindung zu Metallatomen und die Strukturen der Verbindungen zu schließen. Wegen der geringen Zahl gesicherter Strukturen sind die Aussagen doch recht spekulativ, zumal die Spektren von Cyanatoverbindungen wegen der im Punkt 3.2.2. angeschnittenen Probleme von recht komplexer Natur sind. Eingehend untersucht sind bisher nur Tetraisocyanatometallate der allgemeinen Formel $A_2[M(NCO)_4]$ (A = Tetraalkylammonium; M = Zn^{2+}, Co^{2+}, Mn^{2+}, Cd^{2+} und Ni^{2+}), in denen tetraedrische Baueinheiten vorliegen [104]. Hier konnten eindeutige Zuordnungen gemacht und Kraftkonstanten berechnet werden.

Ergänzend zu den Regeln, die KHARITONOV [105] aufstellte, sollen an dieser Stelle einige gemeinsame Befunde aufgeführt stehen, die sich aus den neueren, zusätzlichen strukturell aufgeklärten Verbindungen ergeben.
Die ν_3- Schwingung ist relativ unabhängig von der Art der Koordination (N- oder O- bindend) und Verknüpfung und wird als breite intensive Bande im Bereich von 2180 cm^{-1} bis 2250 cm^{-1} gefunden. Gelegentlich wird hier Aufspaltung beobachtet, die Verschiebung gegenüber dem ionischen Cyanat beträgt ca. 50 cm^{-1} zu höheren Frequenzen. Bei einer end-to-end Verknüpfung (M-NCO-M) der Cyanatgruppe tritt sie als relativ schmale intensive Linie bei 2220 cm^{-1} in Erscheinung [20].
Als sehr indikativ für die beiden bindungsisomeren Anordnungen (I und II) kann die ν_1- Schwingung ange-

I M-NCO II M-OCN

sehen werden. Bei Koordination über das N- Atom verschiebt sich die Bande, wie bei organischen Isocyanaten zu Frequenzen $\geq$ 1300 cm^{-1}, bei Koordination über das O- Atom -nur wenige Verbindungen können gesichert als Cyanatoverbindungen angesehen werden- werden nur Linien unterhalb 1200 cm^{-1} zugeordnet. Da die Lage der Deformationsschwingung von der Art der Koordination ziemlich unabhängig ist, unterbleibt bei größeren Verschiebungen der ν_1- Schwingung die Aufspaltung durch FERMI- Resonanz.
Die δ_{NCO}- Schwingung ist bei einer Koordination an

Metallatome stets aufgespalten, ihre Lage ist relativ zu ionischem Cyanat unverändert. Die Aufspaltung beträgt bei endständigen Cyanatgruppen nur ca. 10 cm^{-1}, während bei Cyanatgruppen in Brückenstellung (III) Aufspaltungen

III

von ca. 50-90 cm^{-1} gefunden wurden.
Die Metall-Ligand-Schwingungen sind recht wenig erforscht, für Cyanatocadmate werden Banden bei 280 cm^{-1} bis 290 cm^{-1} der ν_{Cd-N}- Schwingung zugeordnet [104]. Für Cyanatomercurate finden sich in der Literatur keine Angaben, die entsprechenden Thiocyanatomercurate sind stets über S-gebunden. Ein Vergleich mit dem Quecksilberazid [106] läßt diese Schwingung bei ca. 400 cm^{-1} erwarten.

3.2.4. Obertöne und Kombinationsschwingungungen

Alle erhaltenen Spektren zeigen Obertöne und Kombinationsschwingungen der Grundschwingungen, besonders die Kombinationen von ν_1 und ν_2. Im Bereich der ν_1- Schwingung werden stets die ersten Obertöne der Deformationsschwingung $2\nu_2$ angetroffen, was eine exakte Zuordnung in dieser Region erschwert, zumal eine zusätzliche Aufspaltung der Linien durch FERMI- Resonanz eintritt.

3.2.5. Ligandenaustausch im KBr- Preßling

Das $Hg(NCO)_2$ und die Cyanatomercurate reagieren mit dem KBr des Preßlings unter Bildung von freiem Cyanat,

erkennbar am Auftreten der charakteristischen Linien bei 1298 cm^{-1}, 1207 cm^{-1} (FERMI-Dublett), 628 cm^{-1} und 637 cm^{-1}. Bei Aufnahme in Nujol bzw. Tripen (Hexachlorbutadien) kann dieser Austausch vermieden werden.

3.2.6. Ergebnisse

. .6.1. Allgemeine Bemerkungen

Wegen der komplexen Natur der erhaltenen Festkörperspektren, bedingt durch die niedrige Lagesymmetrie der Gitterbausteine, die hohe Anzahl von Atomen in der Zelle und die Anwesenheit chemisch unterschiedlicher Cyanatgruppen wurde auf eine Symmetrieanalyse verzichtet, zumal die Pulverspektren im Bereich der Valenzschwingungen nur eine geringe Auflösung zeigten.

Am Beispiel der im $KCdCl_3$- Typ kristallisierenden Verbindungen $KCd(NCO)_3$,und $KHg(NCO)_3$ wurde versucht die Linien der δ_{NCO}-Deformationsschwingung den betreffenden Symmetrierassen zuzuordnen.

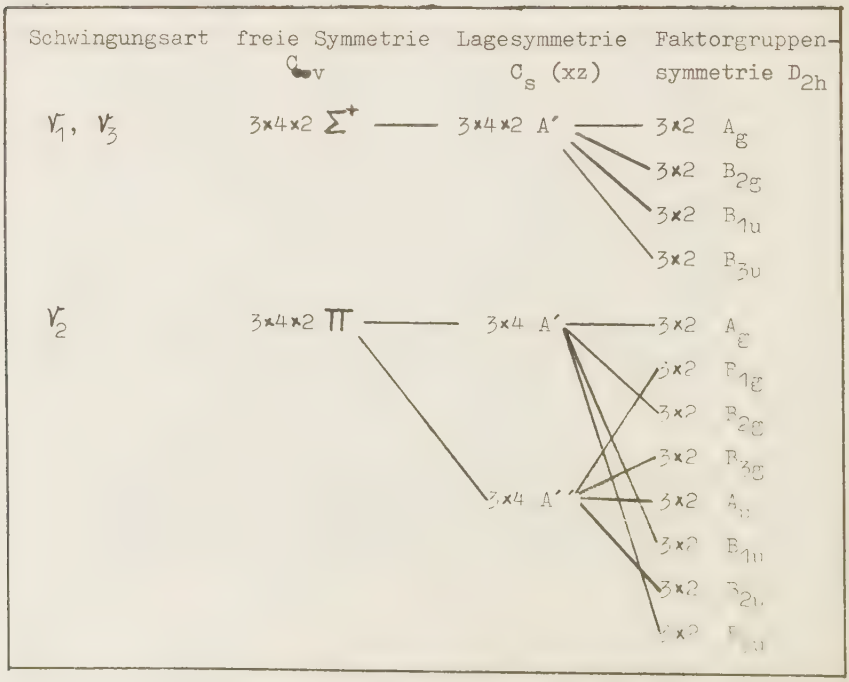
Alle kovalent gebundenen Cyanatgruppen sind den Zuordnungen der Literatur entsprechend als N-gebunden, d.h. als Isocyanatoverbindungen anzusehen, da die pseudo- ν_s-Schwingung (ν_1 bzw. oft der ν_{CO}-Schwingung zugeordnet) stets zu höheren Frequenzen hin verschoben ist.

Bei den Dicyanopseudohalogenomercuraten spiegelt sich die geringe Beeinflussung der Bindung der CN^--Gruppen an die Hg-Atome durch die Anwesenheit anderer Pseudohalogenid-

ionen, auch in den Schwingungsspektren wieder. Die entsprechenden Linien sind nur wenig unterschiedlich von denen im $Hg(CN)_2$.

3.2.6.2. Korrelationsdiagramm für die isotypen Verbindungen $KCd(NCO)_3$ und $KHg(NCO)_3$

Die 12 Cyanatgruppen der Elementarzelle besetzen 3 kristallographisch unterschiedliche Positionen, wodurch sich für die Valenzschwingungen ν_1 und ν_3 3 Sätze zu je 4×2 und für die Deformationsschwingung wegen der zweifachen Entartung ebenfalls 3 Sätze zu je 4×2 innerer Schwingungen ergeben.



Gesamtzahl der inneren Schwingungen:

$$\Gamma n_i = 12A_g(R) + 6B_{1g}(R) + 12B_{2g}(R) + 6B_{3g}(R) + 12B_{1u}(IR) + 6B_{2u}(IR) + 12B_{3u}(IR)$$

Für die δ_{NCO}-Deformationsschwingung kann angenommen werden, daß die Schwingungen in der Spiegelebene (A´) wegen der koplanaren Anordnung aller NCO^--Gruppen bei höheren Frequenzen zu liegen kommen. Dadurch gelingt eine annähernde Zuordnung der Linien zu den betreffenden Symmetrierassen (Tab. 27 und 28).

3.2.6.3. Hg-N- Schwingungen

Die intensiven Banden im Bereich von 395 - 448 cm^{-1} (IR) bzw. 338 - 397 cm^{-1} (Raman) können mit einiger Sicherheit als Hg-N-Schwingungen angesehen werden. Die Frequenzlage hängt von der Festigkeit der Hg-N-Bindung ab und gibt daher einen Anhaltspunkt für die Störung der Bindung in den digonalen Baueinheiten durch Koordination zusätzlicher Liganden. Das Ausmaß dieser Störung vergrößert sich ausgehend vom $Hg(NCO)_2$ über β-$KHg(NCO)_2Cl$, $K_2Hg_3(NCO)_8$ α-$KHg(NCO)_2Cl$ bis zum $KHg(NCO)_3$.

Im Spektrum der Verbindung $KHgCl_2NCO \cdot H_2O$ ist eine Linie, die der Hg-N- Schwingung zugeordnet werden kann, nicht zu erkennen. Dies berechtigt zu der Annahme, daß isolierte NCO^-- Gruppen vorliegen. Die Verbindung ist demnach als Doppelsalz $KOCN \cdot HgCl_2 \cdot H_2O$ aufzufassen.

3.2.6.4. Tabellen

Abkürzungen: st = stark, br = breit, Sch = Schulter,
m = mittel, s = schwach, ss = sehr schwach.

IR (cm^{-1})		Raman (cm^{-1})		Zuordnung
2180	st,br	2180	st	ν_3
1360	s	1365	st	ν_1 und $2\nu_2$
1275	ss	1290	ss	
1240	ss			
1200	m			
650	st	658	m	δ_{NCO}
600	st	610	s	
448	st	397	m	ν_{Hg-N}
		147	m	Gitterschwingungen
		117	s	
		86	st	
		62	st	

Tab. 26 Schwingungsspektrum des $Hg(NCO)_2$

IR (cm^{-1})		Raman (cm^{-1})		Zuordnung
2220	st,br	2246	m	ν_3
		2179	ss	
		2150	ss	
1360	s	1360	m	ν_1 und $2\nu_2$
1345	m	1342	Sch	
1290	s	1296	m	
1285	ss	1260	m	
1232	s	1231	s	
1220	ss	1224	s	
654	st	660	ss	δ_{NCO}
618	Sch	642	ss	
618	st	622	ss	
		255	s	ν_{Cd-N} ?
		137	Sch	Gitterschwingungen
		113	st	
		66	Sch	
		51	st	
		37	st	

Tab. 27 Schwingungsspektrum von $KCd(NCO)_3$

IR (cm^{-1})	Raman (cm^{-1})	Zuordnung
3462 s 3420 s 3350 s		$\nu_1 + \nu_3$
2240 Sch / 2220 st,br 2180 st / 2160 Sch 2130 Sch	2238 m 2150 m 2130 Sch	ν_3
1360 s / 1355 s 1330 st / 1325 m 1297 s / - 1275 m / 1270 s 1217 m 1215 s	1363 m 1331 st 1299 m 1273 s 1221 ss	ν_1 und $2\nu_2$
662 ss / 658 m 642 st / 632 m 639 ss / 621 m 613 st / 610 m 605 Sch/ 600 Sch	660 m 651 Sch 627 ss	ν_2
395 m / 395 m	338 st	ν_{Hg-N}
(2)	126 st 105 m 63 Sch 45 st	Gitter-schwingungen

Tab. 28 Schwingungsspektren von $KHg(NCO)_3$ und $RbHg(NCO)_3$(2)

IR (cm^{-1})		Raman (cm^{-1})		Zuordnung
3439	s			$\nu_1 + \nu_3$
3432	s			
2200	st,br	2270	m	ν_3
		2220	ss	
		2163	Sch	
		2135	st	
1359	m	1361	st	ν_1 und $2\nu_2$
1320	m	1322	st	
1225	m	1227	m	
666	Sch	657	m	$\nu_2 \triangleq \delta_{NCO}$
654	st	648	m	
640	st	636	Sch	
634	st	604	s	
600	st			
425	st	358	st	ν_{Hg-N}
		135	st	Gitterschwingungen
		107	st	
		80	m	
		61	m	
		57	Sch	
		51	st	
		30	Sch	

Tab. 29 Schwingungsspektrum der Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$

IR (cm^{-1})	Raman (cm^{-1})	Zuordnung
3530 s 3470 s 3360 s		$\nu_1 + \nu_3$
2180 st / 2200 st,br	2225 m / 2221 m 2185 s / 2128 m	ν_3
1365 s / 1365 m 1298 s / 1302 m 1275 s / 1275 s 1240 s / 1240 s	1369 m / 1363 m 1303 m / 1296 st	ν_1 und $2\nu_2$
666 Sch/ 662 m 658 st / 612 st 602 st / 602 st	669 m / 659 m 609 s	ν_2
435 m / 402 m	392 st / 339 st	ν_{Hg-N}
	178 s / 121 st 110 st / 70 m 40 st / 37 Sch	Gitterschwinungen

Tab. 30 Schwingungsspektren von β-$KHg(NCO)_2Cl$ und α-$KHg(NCO)_2Cl$. Die ersten Werte beziehen sich auf die β-Form.

IR (cm^{-1})	Zuordnung
3580 s 3520 s 3510 s 3440 s 338[illegible]	ν_{OH} bzw. Kombinationen $\nu_1 + \nu_3$
2165 st 2116 sch	ν_3
1610 m	$\nu_2(H_2O)$
1304 s 1285 m 1198 m 1180 m	ν_1 bzw. $2\nu_2$
620 st	ν_2

Tab. 31 Schwingungsspektrum von $KHgCl_2NCO \cdot H_2O$

IR (cm^{-1})		Raman (cm^{-1})		Zuordnung
3630	s			$\nu_1 + \nu_3$ bzw. ν_{OH}
3476	ss			
3390	s			
2520	s			$2\nu_1$
2418	s			
2224	st	2197	sst	ν_3(NCO) bzw. ν_{CN}
2220	Sch	2149	m	
2180	m			
1615	m			$\nu_2(H_2O)$
1302	st	1317	Sch	ν_1 und $2\nu_2$
1212	m	1303	m	
		1275	s	
		1217	s	
620	st	624	s	ν_2(NCO)
		604	s	
430	st	404	s	ν_{Hg-C}
330	m	283	m	δ_{Hg-C-N}
		135	m	Gitterschwingungen
		97	m	
		69	st	
		52	s	
		34	m	

Tab. 32 Schwingungsspektrum von $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

IR (cm^{-1})		Raman (cm^{-1})		Zuordnung
3420	s			$\nu_1 + \nu_3$
3340	s			
2540	s			$2\nu_1$
2196	Sch	2192	st	ν_{CN}
2140	st	2151	st	ν_3 (NCO)
1328	s	1338	s	
1310	m	1319	m	
1280	s	1300	s	ν_1 und $2\nu_2$
1220	m	1228	m	
1200	s			
650	Sch	639	s	
630	st			ν_2
610	s			
580	s			
420	st	405	m	ν_{Hg-C}
340	s	285	m	δ_{Hg-C-N}
		182	s	
		170	s	
		134	m	Gitterschwingungen
		99	m	
		72	st	

Tab. 33 Schwingungsspektrum von $KOCN \cdot Hg(CN)_2$

IR (cm^{-1})			
$KSCN \cdot Hg(CN)_2$	$RbSCN \cdot Hg(CN)_2$	$CsSCN \cdot Hg(CN)_2$	Zuordnung
2194 s	2194 s	2190 s	ν_{CN}
2120 st	2124 st	2118 st	ν_1 (SCN)
2074 Sch	2080 Sch	2080 Sch	
888 s	885 s	885 s	$2\delta_{SCN}$
728 m	726 m	722 m	ν_2 (SCN)
720 s	720 s	718 s	
700 s	700 s	700 s	
440 m	440 m	443 m	δ_{SCN}
420 m	423 m	425 m	ν_{Hg-C}
325 m	328 m	338 m	δ_{Hg-C-N}

Tab. 34 Schwingungsspektren der Verbindungen $MSCN \cdot Hg(CN)_2$ $M = K^+$, Rb^+ und Cs^+.

[illegible] (cm^{-1})	Zuordnung
3440 st,br	ν_{OH}
2[illegible] sch	ν_{CN}
2125 st	ν_3 (N_3^-)
2[illegible] st	
1640 m	δ_{H_2O}
1375 m	ν_1 (N_3^-)
6[illegible]2 st	ν_2 (N_3^-)
420 m	ν_{Hg-C}

Tab. 35 Schwingungsspektrum von $NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

IR (cm^{-1})	Raman (cm^{-1})	Zuordnung
3320 s 3250 s		$\nu_1 + \nu_3$
2640 ss 2570 s		$\nu_2 + \nu_3$
2195 m	2190 st	ν_{CN}
2035 st	2056 m	ν_3 (N_3^-)
1323 s 1314 m	1332 m 1322 s	ν_1 (N_3^-)
1243 s		$2\nu_2$ (N_3^-)
655 s 629 m	680 st 639 m	ν_2 (N_3^-)
421 m	399 m	ν_{Hg-C}
336 m	279 m	ν_{Hg-C-N}

Tab. 36 Schwingungsspektrum von $KN_3 \cdot Hg(CN)_2$

4. Experimenteller Teil

4.1. Darstellung der Verbindungen

4.1.1. $Zn(NCO)_2 \cdot 2(NH_2)_2CO$

In eine Harnstoffschmelze trägt man bei ca. 150° (Ölbadtemperatur) soviel ZnO ein, bis die fortlaufende Zersetzung des Harnstoffs (erkennbar an der Beendigung der Gasentwicklung) stoppt. Nach Zugabe eines weiteren Überschusses an $(NH_2)_2CO$ beläßt man die klare Lösung auf dieser Temperatur, bis sich der überschüssige Harnstoff zersetzt hat. Nach dem Abkühlen erhält man eine klare glasartige Substanz der Zusammensetzung $Zn(NCO)_2 \cdot 2(NH_2)_2CO$. Die Ausbeute ist quantitativ, bezogen auf ZnO.

Analyse: Zn ber. 27,3%, gef. 27,1%
C ber. 18,4%, gef. 18,0%
N ber. 31,2%, gef. 32,0%
H ber. 2,9%, gef. 2,9%

4.1.2. $Cd(NCO)_2 \cdot H_2O$

In 100 ml 95% CH_3OH behandelt man 2,72 g (0,01 mol) $CdBr_2$ mit 3,00 g (0,02 mol) AgNCO. Man filtriert das gebildete AgBr ab,und versetzt die klare Lösung mit $CHCl_3$. Nach anfänglicher Schlierenbildung kristallisiert die Verbindung $Cd(NCO)_2 \cdot H_2O$ aus.

Analyse: Cd ber. 52,4%, gef. 51,7%
N ber. 13,6%, gef. 12,8%
C ber. 11,2%, gef. 11,6%
H ber. 0,9%, gef. 1,2%

4.1.3. $Cd(NCO)_2 \cdot 2H_2O$

Die unter 4.1.2. erhaltene methanolische $Cd(NCO)_2$-Lösung beläßt man zur Verdunstung des Lösungsmittels an der Luft. Es fällt die Verbindung $Cd(NCO)_2 \cdot 2H_2O$ an.

Analyse: Cd.ber. 48,4%, gef. 47.8%
N ber. 12,0%, gef. 11,5%
C ber. 10,3%, gef. 10,5%
H ber. 1,7%, gef. 1,9%

4.1.4. $Hg(NCO)_2$

In 100 ml abs. CH_3OH rührt man 2,71 g (0,01 mol) $HgCl_2$ mit 3,00 g (0,01 mol) AgNCO. Man filtriert vom AgCl ab und zieht das Lösungsmittel im Vakuum ab. Zur Darstellung von Einkristallen läßt man die Lösung im Exsikkator unter Feuchtigkeitsausschluß isotherm verdunsten.

Analyse: Hg ber. 70,5%, gef. 70,9%
N ber. 9,8%, gef. 9,2%
C ber. 8,4%, gef. 8,8%

4.1.5. $KCd(NCO)_3$

Zu einer Lösung von 2,57 g (0,01 mol) $CdSO_4 \cdot 8/3\ H_2O$ in 50 ml H_2O gibt man eine Lösung von 2,5 g (0,03 mol) KOCN in 100 ml H_2O. Es fällt die Verbindung $KCd(NCO)_3$ als schwerlöslicher, feinkristalliner Niederschlag aus. Ausbeute: ca. 2,7 g = 97,3% d. Th.

Analyse: K ber. 14,0%, gef. 13,6%
Cd ber. 40,5%, gef. 40,4%
N ber. 15,1%, gef. 15,2%
C ber. 13,0%, gef. 12,8%

Einkristalle

Zur Darstellung der Einkristalle wurden Lösungen von Cd- Halogeniden in Aceton- Äthanol- Gemischen vorsichtig mit wäßrigen Lösungen von KOCN überschichtet. An der Phasengrenzfläche kristallisierten bei einer Vermeidung der sofortigen Durchmischung der Lösungsmittel prismatische Kristalle büschelartig in die Lösung.

4.1.6. $K_2Hg_3(NCO)_8$

Zu einer Lösung von 3,19 g (0,01 mol) $Hg(CH_3COO)_2$ in 100 ml H_2O, die bis zur Auflösung der anfänglich entstandenen Trübung mit verd. CH_3COOH angesäuert wurde, gibt man unter Eiskühlung und Rühren eine Lösung von 3,24 g (0,04 mol) KOCN in 50 ml H_2O. Den voluminösen Niederschlag saugt man ab und suspendiert ihn in

50 ml H_2O von 50°. Nach dem Filtrieren kristallisiert die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ aus der eisgekühlten Vorlage in langen Nadeln aus.

Analyse: Hg ber. 59,2%, gef. 58,9%
K ber. 7,7%, gef. 7,3%
N ber. 11,0%, gef. 10,8%
C ber. 9,4%, gef. 9,1%

4.1.7. $KHg(NCO)_3$

Die unter 4.1.6. erhaltene Primärfällung suspendiert man in 100 ml CH_3OH beim Siedepunkt. Nach dem Filtrieren kristallisiert die Verbindung $KHg(NCO)_3$ beim Abkühlen aus.

Analyse: Hg ber. 54,9%, gef. 54,6%
K ber. 10,7%, gef. 10,2%
C ber. 9,8%, gef. 10,3%
N ber. 11,5%, gef. 11,4%

4.1.8. $Rb_2Hg_3(NCO)_8$

Zu einer Lösung von 0,01 mol $Hg(NCO)_2$ in 50 ml CH_3OH, dargestellt durch Reaktion von 2,72 g (0,01 mol) $HgCl_2$ mit 3,0 g (0,02 mol) AgNCO, gibt man eine Lösung von 1,27 g (0,01 mol) RbNCO in 20 ml H_2O. Man beläßt das sich trübende Gemisch auf einem Uhrglas im Exsikkator. Vom Rand her kristallisiert die Verbindung $Rb_2Hg_3(NCO)_8$ in die Lösung.

Die Analyse der mit HgO und Hydrolysenprodukten des Cyanats verunreinigten Substanz ergab die Werte:

Hg ber. 54,3%, gef. 56,1%
C ber. 8,7%, gef. 8,4%
N ber. 10,1%, gef. 8,5%

4.1.9. $RbHg(NCO)_3$

Zu einer Suspension von 2,72 g (0,01 mol) $HgCl_2$ und 1,21 g (0,01 mol) RbCl in 100 ml abs. CH_3OH gibt man 4,5 g (0,03 mol) AgNCO. Nach ca. 6 Std. Rühren ist die Umsetzung in Richtung auf die Bildung des unlöslichen AgCl beendet. Man filtriert ab und läßt das Lösungsmittel im Exsikkator unter Feuchtigkeitsausschluß verdunsten. Es kristallisiert die Verbindung $RbHg(NCO)_3$ in langen Prismen aus.

Analyse: Rb ber. 20,7%, gef. 21,4%
Hg ber. 48,7%, gef. 50,1%
N ber. 10,2%, gef. 9,5%
C ber. 8,4%, gef. 8,9%

4.1.10. $Cs_2Hg_3(NCO)_8$

Zu einer Lösung von 0,01 mol $Hg(NCO)_2$, dargestellt durch Reaktion von 2,72 g (0,01 mol) $HgCl_2$ mit 3,0 g (0,02 mol) AgNCO in 50 ml CH_3OH, gibt man eine Lösung von 1,75 g (0,01 mol) CsNCO in 20 ml H_2O. Man isoliert die Verbindung wie bei 4.1.8. beschrieben.

Analyse: Hg ber. 50,0%, gef. 50,1%
N ber. 9,3%, gef. 8,6%
C ber. 8,0%, gef. 8,3%

4.1.11. <u>α-KCl·Hg(NCO)$_2$</u>

Zu einer Lösung von 8,1 g (0,1 mol) KOCN in 75 ml H_2O gibt man unter Rühren 13,6 g (0,05 mol) $HgCl_2$. Die Lösung erstarrt breiig unter Bildung eines voluminösen Niederschlags. Nach kurzem weiteren Rühren filtriert man und trocknet im Vakuum.

Ausbeute: 17,0 g = 95% d. Th.

Analyse: Hg ber. 55,8%, gef. 55,3%
K ber. 10,9%, gef. 10,4%
Cl ber. 9,9%, gef. 9,7%
C ber. 6,7%, gef. 6,5%
N ber. 7,8%, gef. 7,5%

Einkristalle

Man suspendiert obigen Niederschlag in H_2O, filtriert und beläßt die Lösung im Exsikkator über P_2O_5. Es bilden sich farblose, prismatische Kristalle, die stets mit amorpher Substanz, wahrscheinlich Hydrolyseprodukte, überzogen waren.

4.1.12. <u>β-KCl·Hg(NCO)$_2$</u>

a. Man kristallisiert obige aus H_2O erhaltene α-Form in heißem Acetonitril um. Beim Abkühlen fallen klare, schuppige Kristalle aus. Die Löslichkeit in CH_3CN beim Siedepunkt beträgt ca. 4 g pro 100 ml.

b. Man rührt 2,72 g (0,01 mol) $HgCl_2$ und 4,1 g (0,05 mol) KOCN in 150 ml Methanol. Nach ca. 2-3 Std. bildet sich ein farbloser, feinkrist. Niederschlag. Die Zusammensetzung variiert stets nach Reaktionsdauer und KOCN Überschuß. Durch Umkristallisieren wie unter a. erhält man das analysenreine Produkt.

Analyse: Hg gef. 56,2% Ausbeute: 3,4 g = 95% d.Th.
K gef. 10,4%
C gef. 6,6%
N gef. 7,0%
Cl gef. 10,1%

4.1.13. <u>$KOCN \cdot HgCl_2 \cdot H_2O$</u>

Man löst 2,72 g (0,01 mol) $HgCl_2$ und 0,81 g (0,01 mol) KOCN in 100 ml H_2O und entwässert die sich fortlaufend trübende Lösung im Exsikkator über konz. H_2SO_4. Die in sternförmigen Kristallbüscheln auf dem amorphen Rückstand auskristallisierende Verbindung löst man vorsichtig mit dem Spatel ab. Die Kristalle sind nur oberflächlich gering mit dem Rückstand verunreinigt und konnten ohne weitere Präparation für röntgenographische Untersuchungen verwendet werden.

Analyse: Hg ber. 54,1%, gef.54,3%
K ber. 10,6%, gef.10,2%
N ber. 3,8%, gef. 3,3%
C ber. 3,2%, gef. 3,2%
H ber. 0,5%, gef. 0,5%
Cl ber. 19,1%, gef. 19,5%

4.1.14. Darstellung der Alkalimetallpseudohalogenid-Quecksilbercyanid-Doppelsalze

Die Darstellung dieser Verbindungen erfolgt allgemein aus konz. wäßrigen Lösungen von 0,01 mol $Hg(CN)_2$ gesättigt mit einem Überschuß 0,03 mol Alkalipseudohalogenid. Über die Isolierung der Einkristalle siehe im spezielle Teil.

Insgesamt kamen folgende Substanzmengen zum Ansatz:

$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$:	2,53 g $Hg(CN)_2$	mit 2,0 g NaOCN	a)
$KOCN \cdot Hg(CN)_2$:	" "	mit 2,5 g KOCN	a)
$RbOCN \cdot Hg(CN)_2$:	" "	mit 3,0 g RbOCN	a)
$CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$:	" "	mit 5,0 g CsOCN	a)
$KSCN \cdot Hg(CN)_2$:	" "	mit 3,0 g KSCN	b)
$RbSCN \cdot Hg(CN)_2$:	" "	mit 4,3 g RbSCN	b)
$CsSCN \cdot Hg(CN)_2$:	" "	mit 6,0 g CsSCN	b)
$NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$:	" "	mit 2,0 g NaN_3	b)
$KN_3 \cdot Hg(CN)_2$:	" "	mit 2,5 g KN_3	b)

a) in 100 ml H_2O bei 20°

b) in 50 ml H_2O in der Siedehitze

Die erhaltenen Analysenwerte sind in der Tabelle 37 enthalten.

Tab.37
Gefundene Analysenwerte für die Alkalimetall-pseudohalogenodicyano-mercurate

Verbindung	Hg ber./gef.	C ber./gef.	N ber./gef.	H ber./gef.	K ber./gef.
$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$	56,7%/57,7%	10,2%/9,8%	11,9%/10,6%	1,1%/1,3%	-
$KOCN \cdot Hg(CN)_2$	60,1%/60,9%	10,8%/10,7%	12,6%/12,3%	-	11,2%/11,7%
$PbOCN \cdot Hg(CN)_2$	52,7%/53,2%	9,5%/9,2%	11,0%/10,7%	-	-
$CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$	45,0%/45,4%	8,1%/8,4%	9,4%/8,9%	0,45%/0,36%	-
$KSCN \cdot Hg(CN)_2$	57,4%/57,5%	10,3%/9,9%	12,0%/11,6%	-	11,2%/11,3%
$RbSCN \cdot Hg(CN)_2$	50,6%/50,1%	9,1%/8,7%	10,6%/9,9%	-	-
$CsSCN \cdot Hg(CN)_2$	45,2%/45,8%	8,1%/8,3%	9,5%/9,6%	-	-
$NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$	57,7%/57,3%	7,0%/6,9%	19,4%/19,8%	1,1%/1,1%	-
$KN_3 \cdot Hg(CN)_2$	60,1%/60,5%	7,2%/7,8%	20,9%/16,9%	-	-

4.2. Analysenmethoden

Quecksilber: Die Substanz wurde kurz mit konz. HCl aufgekocht und das Quecksilber gravimetrisch durch Fällung als HgS bestimmt.

Alkalimetalle: Der Alkaligehalt wurde an einem Flammenphotometer der Fa. EPPENDORF, Hamburg, durch Vergleich mit eingestellten Eichlösungen bestimmt. Der Kaliumgehalt wurde auch gravimetrisch nach Abrauchen der Substanzen mit H_2SO_4 bestimmt.

Chlorid: Der Chloridgehalt wurde nach reduktiver Abtrennung des Quecksilbers potentiometrisch bestimmt.

C, H, N: C, H, und N wurden nach den Methoden der Mikroelementaranalyse bestimmt.

4.3. Dichtebestimmung

Die Dichten der Verbindungen wurden mit Pyknometern mit 3 ml bzw. 5 ml Inhalt bestimmt. Als flüssige Phase diente n-Heptan. Die Dichte berechnet sich nach folgender Gleichung:

$$d_{kr.} = d_{fl.} \frac{m_{kr.}}{m_{kr.} + (m_1 - m_2)} ;$$

$d_{kr.}$ = Dichte der Kristalle

$d_{fl.}$ = Dichte des n-Heptans

$m_{kr.}$ = Masse der Kristalle

m_2 = Masse(Pyknometer+n-Heptan+Kristalle)

m_1 = Masse(Pyknometer+n-Heptan)

4.4. DTA- und TG-Messungen

Die Bestimmungen des Kristallwassergehaltes, sowie die Untersuchungen an Harnstoffschmelzen wurden mit einem Differential Thermal Analyser 900 der Firma DU PONT vorgenommen, der mit einem Thermogravimetric Analyser 950 gekoppelt war.

4.5. Aufnahme der Schwingungsspektren

Die IR-Spektren wurden an einem Doppelstrahl-Gitterspektrometer 621 der Firma PERKIN-ELMER im Bereich von 4000 cm^{-1} bis 300 cm^{-1} aufgenommen. Die Proben waren als KBr-Preßlinge bzw. als Nujol- oder Tripen-Verreibungen präpariert.
Zur Aufnahme der Raman-Spektren zwischen 2500 cm^{-1} und 15 cm^{-1} diente ein Raman-Spektrometer 82 der Firma CARY, das mit einem Krypton-Ionen-Laser der Firma SPEKTRA-PHYSIKS, Modell 165 betrieben wurde.

4.6. Röntgenographische Untersuchungen

4.6.1. Pulveraufnahmen

Pulveraufnahmen zur Charakterisierung der Verbindungen und zur Identifizierung von Gemischen wurden unter Verwendung von CuK_{α}-Strahlung (154,18 pm) an einer Guinier-de-Wolff II-Kamera der Firma NONIUS hergestellt. Für Präzisions-Gitterkonstanten-Bestimmungen diente auch eine Guinier System 600 Kamera der Firma HUBER. Als Eichsubstanz zur Standardisierung der Meßwerte wurde $Pb(NO_3)_2$ (p.A. MERCK) benutzt. Die Vermessung der

Aufnahmen erfolgte mit einem Guinier-Viewer der Firma NONIUS, die Reflexintensitäten wurden mit einem Registrierphotometer der Firma SIEMENS bestimmt.

4.6.2. Einkristallaufnahmen

Einkristallaufnahmen wurden an Weissenberg-Kameras der Firmen NONIUS und STOE, an Precession-Kameras von NONIUS und am Explorer von STOE angefertigt. Die genannten Geräte wurden am Kristalloflex 4 der Firma SIEMENS betrieben, wobei für Weissenberg-Kameras CuK_α-Strahlung und für Precession- bzw. Exploreraufnahmen MoK_α-Strahlung verwendet wurde.

4.6.3. Messungen am Diffraktometer

Die Messungen an den Verbindungen $KCd(NCO)_3$, $KOCN \cdot Hg(CN)_2$ und $K_2Hg_3(NCO)_8$ wurden an einem Vierkreisdiffraktometer Typ 290 der Fa. HILGER & WATTS, im on-line Betrieb mit einem Prozessrechner PDP 8/I der Fa. DIGITAL, die übrigen Messungen an dem Vierkreisdiffraktometer Typ PW 1100 der Fa. PHILLIPS vorgenommen. Die Messungen erfolgten im ω-2ϑ Scan mit graphitmonochromatisierter MoK_α-Strahlung. Die Scanbedingungen betrugen bei den ersten Messungen zwischen 60-80 Meßpunkten zu je 0,3-0,5 sec im Abstand $0{,}01^\circ$(Reflex) und 12 bis 15 sec(Untergrund).

4.6.4. Durchführung der Berechnungen

Die Berechnungen im Rahmen dieser Arbeit wurden an der Rechenanlage CD 3300 der Fa. CONTROL DATA im Rechenzentrum der Universität Erlangen-Nürnberg durchgeführt. Hierzu standen folgende Programme zur Verfügung:

1. Programm POWDER zur Auswertung von Pulveraufnahmen
2. Programm DIFFAUS zur Korrektur von Daten des Vierkreisdiffraktometers
3. Programm für dreidimensionale Patterson- und Fourier-Synthesen
4. Full-Matrix-Least-Squares-Programm für isotrope und anisotrope Temperaturfaktoren
5. Abstände und Winkelprogramm DISTANG
6. Programm XANADU zur Berechnung von kristallographischen Daten
7. Programm ORTEP zum Zeichnen von Kristallstrukturen

Programmautoren:

1. Dr. M.DRÄGER, Universität Mainz
2. Dr. D.MESSER, Universität Erlangen-Nürnberg
3.-5. Prof.Dr. H.BURZLAFF und Dr. R.BÖHME, Universität Erlangen-Nürnberg
6. R.ROBERTS und G.SHELDRICK, University of Cambridge
7. C.K.JOHNSON, Oakridge National Laboratory, Oakridge, Tenn.

Den genannten Autoren danke ich für die Überlassung der Programme. Den Herren des Rechenzentrums danke ich für die Unterstützung bei der Durchführung der Berechnungen.

5. Tabellen

5.1. Auswertung der Guinier-Aufnahmen

$Hg(NCO)_2$

Nr.	ν_{gem}	ν_{gem}	Int.
1	8.90	498.28	100
2	9.25	479.59	96
3	12.55	354.78	76
4	13.62	327.37	42
5	14.35	311.04	11
6	14.78	302.19	84
7	15.65	285.77	85
8	16.25	275.49	67
9	16.35	273.85	66
10	17.41	257.79	80
11	17.95	250.01	88
12	18.65	241.07	33
13	19.70	228.69	58
14	21.75	208.04	34
15	22.81	198.93	36
usw.			

$KCd(NCO)_3$

Nr.	$\sin^2\nu_{gem}$	$\sin^2\nu_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00706	0.00697	0	0	2	917.48	80
2	0.00787	0.00784	0	1	1	868.98	100
3	0.01309	0.01305	0	1	2	673.79	70
4	0.02175	0.02180	0	1	3	522.72	30
5	0.03934	0.03975	0	2	2	388.67	10
6	0.05153	0.05114	1	0	2	339.61	20
7	0.05513	0.05505	0	3	1	328.33	30
usw.							

$KHg(NCO)_3$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00753	0.00756	2	0	0	888.38	100
2	0.01343	0.01333	2	1	0	665.21	37
3	0.02289	0.02278	3	1	0	509.54	16
4	0.03052	0.03063	2	2	0	441.17	10
5	0.03611	0.03602	4	1	0	405.74	13
6	0.04018	0.04008	3	2	0	384.59	16
7	0.04489	0.04485	1	1	1	363.85	59
8	0.05054	0.05061	2	1	1	342.91	10
9	0.05390	0.05379	1	3	0	332.05	61
10	0.06033	0.06007	3	1	1	313.86	89
11	0.06792	0.06791	2	2	1	295.81	55
12	0.07038	0.07033	5	2	0	290.59	35
13	0.07382	0.07383	6	1	0	283.73	12
14	0.08460	0.08455	5	0	1	265.04	38
15	0.09051	0.09032	5	1	1	256.24	23
16	0.09240	0.09226	0	4	0	253.61	16
17	0.09674	0.09674	2	3	1	247.85	10
18	0.11575	0.11575	7	2	0	226.59	10
19	0.11936	0.11943	4	3	1	223.14	26
usw.							

Aufstellung in P bnm

$K_2Hg_3(NCO)_8$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00537	0.00539	0	1	0	1051.99	100
2	0.01008	0.01005	1	-1	0	767.83	10
3	0.01078	0.01095	1	1	0	742.49	19
4	0.02042	0.02042	2	0	0	539.47	13
5	0.02162	0.02157	0	2	0	524.29	10
6	0.02585	0.02578	1	-2	0	479.48	34
7	0.02673	0.02672	2	1	0	471.52	36
8	0.03839	0.03859	0	0	1	393.45	11
9	0.04008	0.04019	2	-2	0	385.07	30
10	0.04164	0.04157	0	1	1	377.78	38
11	0.04388	0.04381	2	2	0	368.01	63
12	0.04482	0.04487	1	1	1	364.13	51
13	0.04587	0.04586	1	0	-1	359.94	22
14	0.04833	0.04838	1	-1	-1	350.66	29
15	0.04996	0.04998	3	-1	0	344.89	46
16	0.05227	0.05229	1	-3	0	337.19	21
17	0.05399	0.05404	1	1	-1	331.77	23
18	0.05833	0.05838	2	1	1	319.19	100
19	0.05915	0.05917	1	2	1	316.97	26
20	0.06119	0.06122	2	-1	1	311.64	42
21	0.06194	0.06188	1	-2	-1	309.75	18
22	0.06340	0.06344	2	0	-1	306.16	22
usw.							

$RbHg(NCO)_3$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00716	0.00717	2	0	0	911.00	87
2	0.00771	0.00763	1	1	0	877.69	50
3	0.01301	0.01301	2	1	0	675.74	45
4	0.02195	0.02197	3	1	0	520.35	47
5	0.02871	0.02869	4	0	0	454.99	7
6	0.03047	0.03052	2	2	0	441.61	21
7	0.03457	0.03453	4	1	0	414.62	17
8	0.03949	0.03949	3	2	0	387.95	18
9	0.04270	0.04271	1	1	1	373.06	40
10	0.04806	0.04809	2	1	1	351.64	17
11	0.05431	0.05433	1	3	0	330.83	28
12	0.05857	0.05843	0	2	1	318.52	100
13	0.06572	0.06560	2	2	1	300.71	33
14	0.06827	0.06818	5	2	0	295.03	59
15	0.07043	0.07039	6	1	0	290.49	28
16	0.07451	0.07457	3	2	1	282.43	31
17	0.11126	0.11121	7	2	0	231.11	53
18	0.11620	0.11631	4	3	1	226.15	17
19	0.12062	0.12059	8	1	0	221.98	10
20	0.13063	0.13027	1	4	1	213.29	13
21	0.13538	0.13565	2	4	1	208.52	10

usw.

Aufstellung in P bnm

α-$KHg(NCO)_2Cl$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00839	0.00821	2	0	0	841.62	68
2	0.01511	0.01489	2	1	0	627.14	29
3	0.02585	0.02567	3	1	0	479.48	27
4	0.02649	0.02636	0	2	0	473.65	27
5	0.02865	0.02841	1	2	0	455.44	23
6	0.03427	0.03457	2	2	0	416.43	21
7	0.04086	0.03944	4	1	0	381.37	72
8	0.04348	0.04349	1	1	1	369.70	16
9	0.04989	0.04665	2	1	1	345.14	17
10	0.05393	0.05383	3	0	1	331.96	20
11	0.06089	0.05992	3	1	1	312.41	100
12	0.06332	0.06326	1	2	1	306.36	45
13	0.06814	0.06752	2	3	0	295.32	87
14	0.06977	0.06942	2	2	1	291.85	19
15	0.08018	0.08052	6	1	0	271.25	64
16	0.10799	0.10788	1	4	0	234.59	18
17	0.11294	0.11283	3	3	1	229.39	62

usw.

Aufstellung in P bnm

β-$KHg(NCO)_2Cl$

Nr.	ν^{ℓ}_{gem}	ν^{ℓ}_{gem}	Int.
1	5.03	897.44	89
2	7.72	573.81	11
3	8.53	519.48	15
4	9.96	445.75	26
5	10.22	434.37	14
6	10.60	419.23	13
7	11.64	382.24	31
8	11.90	373.74	31
9	12.97	343.42	11
10	13.41	332.65	24
11	14.45	308.86	54
12	14.73	303.25	32
13	14.83	301.17	100
14	15.46	289.11	11
15	15.64	286.03	10

usw.

$NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00667	0.00676	1	0	0	968.51	100
2	0.01740	0.01751	0	0	1	584.41	62
3	0.02434	0.02434	1	0	1	494.16	81
4	0.02701	0.02707	2	0	0	469.03	39
5	0.04199	0.04209	0	1	0	376.19	56
6	0.04466	0.04465	2	0	1	364.79	35
7	0.04901	0.04885	1	1	0	348.23	44
8	0.05976	0.05959	0	1	1	315.35	81
9	0.06084	0.06084	3	0	0	312.32	27
10	0.06621	0.06629	-1	1	1	299.61	89
11	0.06923	0.06913	2	1	0	292.99	38
12	0.07681	0.07688	1	0	2	278.16	34
13	0.07859	0.07851	3	0	1	275.00	52
14	0.08671	0.08674	2	1	1	261.80	46
15	0.09729	0.09725	2	0	2	247.15	33
16	0.10285	0.10293	3	1	0	240.38	30
17	0.10815	0.10816	4	0	0	234.41	11
18	0.11225	0.11209	0	1	2	230.09	29
19	0.11895	0.11896	1	1	2	223.52	45
20	0.12053	0.12059	3	1	1	222.05	51
21	0.12599	0.12589	4	0	1	217.19	27
22	0.13924	0.13935	2	1	2	206.59	50
23	0.15017	0.15025	4	1	0	198.93	24

usw.

$KNCO \cdot Hg(CN)_2$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00674	0.00685	0	2	0	939.24	93
2	0.02742	0.02738	0	4	0	465.56	40
3	0.03225	0.03222	0	0	2	429.26	16
4	0.03881	0.03907	0	2	2	391.32	100
5	0.05218	0.05221	1	3	0	337.47	31
6	0.05976	0.05961	0	4	2	315.34	44
7	0.06163	0.06162	0	6	0	310.53	37
8	0.07068	0.07074	1	1	2	289.98	85
9	0.07945	0.07935	0	2	3	275.31	59
10	0.09371	0.09384	0	6	2	251.82	38
11	0.10949	0.10954	0	8	0	232.98	30
12	0.11174	0.11182	1	5	2	230.62	37
13	0.12057	0.12067	1	7	0	222.01	22
14	0.12889	0.12889	0	0	4	214.73	25
15	0.13572	0.13574	0	4	2	209.26	10
16	0.14166	0.14176	0	8	2	204.82	14
17	0.15285	0.15289	1	7	2	197.18	45
18	0.15623	0.15628	0	4	4	195.04	11
19	0.16737	0.16741	1	1	4	188.44	14
20	0.17485	0.17460	2	4	0	184.36	28
21	0.18599	0.18602	2	2	2	178.75	26
22	0.20331	0.20338	0	10	2	170.79	27
23	0.20772	0.20766	1	9	2	169.15	52

usw.

$RbOCN \cdot Hg(CN)_2$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00662	0.00663	0	2	0	947.35	95
2	0.02654	0.02651	0	4	0	473.20	48
3	0.03177	0.03172	0	0	2	432.48	10
4	0.03559	0.03578	1	1	0	408.61	52
5	0.03834	0.03834	0	2	2	393.69	68
6	0.04373	0.04364	1	1	1	368.65	10
7	0.04903	0.04898	1	3	0	348.14	39
8	0.05688	0.05688	1	3	1	323.24	42
9	0.05841	0.05822	0	4	2	318.96	19
10	0.05964	0.05964	0	6	0	315.66	25
11	0.06731	0.06742	1	1	2	297.13	100
12	0.07536	0.07546	1	5	0	280.82	20
13	0.07795	0.07799	0	2	3	276.12	10
14	0.08052	0.08067	1	3	2	271.67	37
15	0.08319	0.08339	1	5	1	267.28	18
16	0.09115	0.09136	0	6	2	255.34	52
17	0.10585	0.10603	0	8	0	236.95	55
18	0.10692	0.10707	1	1	3	235.77	58
19	0.11541	0.11522	1	7	0	226.92	21
20	0.12044	0.12032	1	3	3	222.13	10
21	0.12335	0.12315	1	7	1	219.50	12
22	0.12690	0.12687	0	0	4	216.40	18

usw.

$KSCN \cdot Hg(CN)_2$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00649	0.00657	0	2	0	956.67	75
2	0.02635	0.02627	0	4	0	474.90	26
3	0.02868	0.02847	0	0	2	455.22	18
4	0.03459	0.03442	1	1	0	410.77	100
5	0.03522	0.03503	0	2	2	400.34	100
6	0.04766	0.04756	1	3	0	353.11	35
7	0.05474	0.05474	0	4	2	329.49	29
8	0.05923	0.05911	0	6	0	316.76	21
9	0.06297	0.06289	1	1	2	307.21	90
10	0.07395	0.07383	1	5	0	283.48	22
11	0.07612	0.07609	1	3	2	279.46	51
12	0.08100	0.08094	1	5	1	270.87	10
13	0.08776	0.08758	0	6	2	260.23	31
14	0.10246	0.10229	1	5	2	240.84	41
15	0.10531	0.10508	0	8	0	237.55	16
16	0.11346	0.11323	1	7	0	228.87	44
17	0.12056	0.12044	0	2	4	222.02	24
18	0.13126	0.13111	2	0	0	212.78	41
19	0.14174	0.14172	1	7	2	204.77	33

usw.

$RbSCN \cdot Hg(CN)_2$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00622	0.00632	0	2	0	977.47	64
2	0.02542	0.02532	0	4	0	483.52	39
3	0.02946	0.02951	0	0	2	449.14	14
4	0.03142	0.03152	1	1	0	434.91	48
5	0.03292	0.03269	0	4	1	424.88	51
6	0.03884	0.03889	1	1	1	391.16	10
7	0.04417	0.04418	1	3	0	366.82	48
8	0.05151	0.05155	1	3	1	339.67	42
9	0.05495	0.05481	0	4	2	328.86	10
10	0.06081	0.06102	1	1	2	312.62	100
11	0.06980	0.06949	1	5	0	291.79	18
12	0.07382	0.07368	1	3	2	283.77	47
13	0.07725	0.07697	1	5	1	277.36	16
14	0.09780	0.09789	1	1	3	246.51	44
15	0.09934	0.09899	1	5	2	244.59	64
16	0.10822	0.10864	0	8	1	234.34	36
17	0.11061	0.11055	1	3	3	231.79	10
18	0.11798	0.11800	0	0	4	224.44	47
19	0.11971	0.11974	2	0	0	222.81	51
20	0.12442	0.12433	0	2	4	218.55	12
21	0.12608	0.12607	2	2	0	217.11	16

usw.

$CsSCN\ Hg(CN)_2$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00600	0.00609	0	2	0	995.23	51
2	0.02431	0.02427	0	4	0	494.43	55
3	0.02897	0.02894	1	1	0	452.92	42
4	0.03201	0.03179	0	4	1	430.88	82
5	0.03625	0.03617	0	2	2	404.91	36
6	0.04116	0.04107	1	3	0	379.98	62
7	0.04869	0.04863	1	3	1	349.36	12
8	0.05474	0.05468	0	6	0	329.49	100
9	0.06552	0.06534	1	5	0	301.17	12
10	0.07125	0.07118	1	3	2	288.81	43
11	0.07305	0.07287	1	5	1	285.23	48
12	0.08483	0.08471	0	6	2	264.68	52
13	0.09559	0.09545	1	5	2	249.34	100
14	0.09701	0.09707	0	8	0	247.51	72
15	0.10175	0.10176	1	7	0	241.67	32
16	0.10479	0.10462	0	8	1	238.14	83
17	0.10912	0.10927	1	7	1	233.39	33
18	0.12043	0.12041	0	0	4	222.14	21
19	0.13205	0.13185	1	7	2	212.16	10
20	0.14593	0.14586	2	2	2	201.82	27

usw.

$NaN_3 \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

Nr.	$\sin^2\vartheta_{gem}$	$\sin^2\vartheta_{ber}$	h	k	l	d_{gem}	Int.
1	0.00637	0.00661	1	0	0	965.89	100
2	0.01849	0.01852	0	0	1	566.93	36
3	0.02437	0.02444	-1	0	1	490.21	64
4	0.02558	0.02562	1	0	1	482.00	73
5	0.02635	0.02645	2	0	0	474.91	56
6	0.04123	0.04122	0	1	0	379.66	22
7	0.04416	0.04403	-2	0	1	366.85	11
8	0.04576	0.04591	2	0	1	360.38	15
9	0.04777	0.04784	1	1	0	352.71	27
10	0.06587	0.06589	-1	1	1	300.37	66
11	0.06677	0.06682	1	1	1	298.34	69
12	0.06760	0.06767	2	1	0	296.50	83
13	0.07432	0.07408	0	0	2	282.78	17
14	0.07674	0.07662	-3	0	1	278.28	28
15	0.07920	0.07975	-1	0	2	273.93	10
16	0.08023	0.07984	3	0	1	272.16	17
17	0.08178	0.08163	1	0	2	269.57	22
18	0.08541	0.08525	-2	1	1	263.78	26
19	0.10056	0.10073	3	1	0	243.10	19
20	0.10233	0.10242	2	0	2	240.99	14
21	0.10558	0.10580	4	0	0	237.25	17
22	0.11553	0.11530	0	1	2	226.80	22
23	0.11786	0.11785	-3	1	1	224.55	23
24	0.13610	0.13641	3	0	2	208.96	28
25	0.14359	0.14363	2	1	2	203.44	15
usw.							

$KN_3 \cdot Hg(CN)_2$

Nr.	ν_{gem}	ν_{gem}	Int.
1	4.69	941.81	76
2	9.49	467.42	41
3	10.65	416.85	23
4	11.45	388.37	84
5	11.65	381.65	65
6	13.31	335.17	51
7	14.32	311.62	49
8	15.73	284.35	100
9	16.45	272.21	51
10	17.20	260.76	55
11	18.00	249.46	57
12	19.25	233.82	39
13	19.75	228.12	55
14	20.35	221.71	48
15	21.03	214.39	11
usw.			

5.2. Strukturfaktoren von $KCd(NCO)_3$

H	K	L	FO	FC
0	0	2	[illegible]	[illegible]
0	0	4	[illegible]	[illegible]
0	0	6	[illegible]	[illegible]
0	0	8	23.31	[illegible]
0	0	10	31.60	[illegible]
0	0	12	11.75	-12.02
0	0	14	13.07	[illegible]
0	0	16	[illegible]	-6.27
0	0	18	3.34	6.13
0	0	20	[illegible]	[illegible]
0	0	22	5.41	[illegible]
0	0	24	5.67	[illegible]
0	0	26	3.71	[illegible]
0	1	1	[illegible]	[illegible]
0	1	3	[illegible]	-17.37
0	1	5	[illegible]	[illegible]
0	1	7	[illegible]	[illegible]
0	1	9	[illegible]	[illegible]
0	1	11	[illegible]	[illegible]
0	1	13	[illegible]	[illegible]
0	1	15	[illegible]	[illegible]
0	1	17	[illegible]	[illegible]
0	1	19	[illegible]	[illegible]
0	1	21	4.74	[illegible]
0	1	23	[illegible]	[illegible]
0	1	25	[illegible]	[illegible]
0	1	27	[illegible]	[illegible]
0	1	29	[illegible]	[illegible]
0	2	0	[illegible]	[illegible]
0	2	2	[illegible]	[illegible]
0	2	4	[illegible]	[illegible]
0	2	6	[illegible]	[illegible]
0	2	8	[illegible]	[illegible]
0	2	10	[illegible]	[illegible]
0	2	12	[illegible]	[illegible]
0	2	14	[illegible]	[illegible]
0	2	16	[illegible]	[illegible]
0	2	18	[illegible]	[illegible]
0	2	20	[illegible]	[illegible]
0	2	22	[illegible]	-4.91
0	2	24	[illegible]	-7.75
0	3	1	[illegible]	[illegible]
0	3	3	[illegible]	[illegible]
0	3	5	[illegible]	[illegible]
0	3	7	[illegible]	[illegible]
0	3	9	[illegible]	[illegible]
0	3	11	[illegible]	[illegible]
0	3	15	8.74	[illegible]
0	3	17	[illegible]	[illegible]
0	3	19	[illegible]	[illegible]
0	3	21	[illegible]	-3.75
0	3	25	1.92	1.65
0	4	0	22.24	22.34
0	4	2	10.17	9.96
0	4	4	4.24	[illegible]
0	4	6	2.55	[illegible]
0	4	8	[illegible]	[illegible]
0	4	10	11.64	[illegible]
0	4	12	5.82	-6.53
0	4	14	[illegible]	[illegible]
0	4	16	3.37	[illegible]
0	4	18	3.73	[illegible]
0	5	3	[illegible]	[illegible]
0	5	5	[illegible]	-9.94
0	5	7	5.73	-5.96
0	5	13	3.72	3.89
0	6	0	7.91	-8.31
1	0	1	17.71	[illegible]
1	0	2	17.62	[illegible]
1	0	3	[illegible]	15.50
1	0	4	15.81	[illegible]
1	0	5	2.11	[illegible]
1	0	6	[illegible]	[illegible]
1	0	7	11.06	[illegible]
1	0	8	22.73	-23.14
1	0	9	7.90	-6.84
1	0	10	[illegible]	-4.58
1	0	11	15.26	-14.77
1	0	12	4.37	[illegible]
1	0	13	17.37	-17.44
1	0	14	6.03	[illegible]
1	0	15	[illegible]	[illegible]
1	0	16	11.15	11.28
1	0	17	0.50	[illegible]
1	0	18	12.35	[illegible]
1	0	19	3.24	[illegible]
1	0	20	2.02	[illegible]
1	0	21	7.52	6.46
1	0	22	[illegible]	1.21
1	0	23	6.03	6.26
1	0	24	2.13	-2.75
1	0	25	2.41	2.64
1	0	26	5.95	-6.15
1	0	28	4.14	-4.18
1	1	1	21.00	-19.91
1	1	2	10.43	-9.73
1	1	3	5.75	-5.64
1	1	4	1.97	-1.65
1	1	5	1.12	-1.08
1	1	6	13.38	-13.35
1	1	7	[illegible]	10.55
1	1	8	21.97	[illegible]
1	1	9	16.37	[illegible]
1	1	10	1.94	-1.83
1	1	11	16.87	16.52
1	1	12	1.27	0.80
1	1	13	15.22	15.24
1	1	14	2.82	2.92
1	1	15	4.67	4.32
1	1	16	11.65	12.26
1	1	17	1.25	0.39
1	1	18	12.54	12.34
1	1	19	5.33	-5.35
1	1	20	1.85	1.64
1	1	21	6.95	-7.52
1	1	22	1.94	2.33
1	1	23	6.40	-6.84
1	1	25	3.95	-3.95
1	1	26	5.68	-5.78
1	1	28	2.95	-3.00
1	2	1	13.13	-12.02
1	2	2	13.45	12.68
1	2	3	15.04	-14.33
1	2	4	11.80	11.10
1	2	5	1.20	1.18
1	2	6	16.90	16.21
1	2	7	3.53	7.94
1	2	8	16.13	16.05
1	2	9	[illegible]	5.13
1	2	10	[illegible]	3.04
1	2	11	12.91	12.17
1	2	12	3.33	-2.92
1	2	13	13.14	12.75
1	2	14	4.75	-4.78
1	2	15	0.73	-0.31
1	2	16	9.45	-9.49
1	2	17	1.17	0.69
1	2	18	9.90	-9.73
1	2	19	2.62	-2.67
1	2	20	2.00	-1.84
1	2	21	6.50	-6.87
1	2	23	3.62	-5.05
1	2	24	2.31	2.39
1	2	26	4.62	5.03
1	2	28	3.72	3.54
1	3	1	11.25	10.06
1	3	2	7.94	7.58
1	3	3	6.94	6.81
1	3	4	2.95	2.58
1	3	5	0.90	0.56
[illegible]	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	[illegible]	9	[illegible]	[illegible]
1	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	-7.77
[illegible]	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	3	23	[illegible]	[illegible]
1	3	25	2.73	[illegible]
1	[illegible]	[illegible]	4.13	[illegible]
1	4	[illegible]	[illegible]	6.29
1	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	4	[illegible]	[illegible]	7.47
1	4	4	[illegible]	[illegible]
1	4	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	4	[illegible]	[illegible]	-6.73
[illegible]	4	7	[illegible]	[illegible]
[illegible]	4	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	4	11	[illegible]	[illegible]
[illegible]	4	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	4	[illegible]	[illegible]	[illegible]
1	4	16	[illegible]	[illegible]
1	4	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	5	[illegible]	[illegible]	[illegible]
[illegible]	5	2	[illegible]	-3.87
1	[illegible]	6	4.39	[illegible]
[illegible]	[illegible]	7	[illegible]	2.98
1	[illegible]	8	[illegible]	-5.31
[illegible]	[illegible]	9	[illegible]	3.82
[illegible]	[illegible]	11	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	13	[illegible]	4.26
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	-2.04
[illegible]	0	[illegible]	[illegible]	5.38
[illegible]	0	1	[illegible]	-5.36
[illegible]	0	2	[illegible]	[illegible]
[illegible]	0	3	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	4	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	5	[illegible]	[illegible]
[illegible]	0	[illegible]	[illegible]	[illegible]
2	[illegible]	7	[illegible]	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]
2	0	9	17.17	-17.52
[illegible]	0	[illegible]	[illegible]	-2.39

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
3	1	16	[illegible]	-4.36	2	4	15	5.41	5.40	2	2	8	2.72	[illegible]	2	0	11	[illegible]	[illegible]
3	1	17	1.37	[illegible]	2	4	17	0.17	6.09	2	2	9	12.34	[illegible]	2	0	12	[illegible]	[illegible]
3	1	18	9.32	[illegible]	2	4	19	5.53	6.02	2	2	10	1.77	[illegible]	2	0	13	12.43	[illegible]
3	1	19	2.03	-1.72	2	5	0	12.02	-11.76	2	2	11	5.29	[illegible]	2	0	14	[illegible]	[illegible]
3	1	20	4.15	-5.59	2	5	2	5.12	-6.02	2	2	12	4.42	-4.75	2	0	15	11.64	[illegible]
3	1	21	[illegible]	-7.24	2	5	4	[illegible]	4.97	2	2	13	10.27	-10.[illegible]	2	0	16	1.47	1.09
3	1	22	[illegible]	-4.42	2	5	10	7.10	6.90	2	2	14	1.47	-1.[illegible]	2	0	17	[illegible]	[illegible]
3	1	26	4.24	4.30	2	5	12	2.55	2.25	2	2	15	3.47	-4.77	2	0	18	[illegible]	[illegible]
3	1	27	2.14	-2.02	2	5	14	4.04	4.29	2	2	16	1.03	-1.[illegible]	2	0	19	[illegible]	[illegible]
3	1	28	4.13	4.27	3	0	1	27.34	-29.05	2	2	17	12.84	-1[illegible]	2	0	20	[illegible]	[illegible]
3	2	1	19.37	19.32	3	0	2	6.58	-6.44	2	2	18	1.20	-1.06	2	0	21	[illegible]	[illegible]
3	2	2	7.37	6.09	3	0	3	2.74	-2.95	2	2	19	10.17	-1[illegible]	2	0	22	[illegible]	[illegible]
3	2	3	5.23	5.56	3	0	4	3.55	-3.83	2	2	21	4.03	-4.13	2	0	23	[illegible]	[illegible]
3	2	4	3.24	3.44	3	0	5	[illegible]	-9.34	2	2	22	2.52	2.35	2	0	26	[illegible]	[illegible]
3	2	5	[illegible]	5.35	3	0	6	10.42	-11.68	2	2	25	2.24	2.40	2	0	27	[illegible]	[illegible]
3	2	6	8.21	8.99	3	0	7	5.04	5.83	2	2	27	3.74	3.56	2	0	29	[illegible]	[illegible]
3	2	7	6.15	-6.67	3	0	8	17.04	-17.15	2	3	0	23.15	26.00	2	1	0	60.51	-56.17
3	2	8	12.71	12.24	3	0	9	20.65	21.11	2	3	1	4.91	-4.56	2	1	1	[illegible]	[illegible]
3	2	9	15.24	-14.76	3	0	10	2.21	2.52	2	3	2	13.25	12.21	2	1	2	13.32	-10.[illegible]
3	2	10	1.45	-1.97	3	0	11	15.14	15.75	2	3	3	3.11	-2.80	2	1	3	[illegible]	6.66
3	2	11	13.63	-13.10	3	0	12	1.93	1.64	2	3	4	6.66	6.54	2	1	4	11.90	-11.94
3	2	12	1.37	-1.49	3	0	13	12.42	12.69	2	3	5	2.63	2.[illegible]	2	1	5	[illegible]	-7.21
3	2	13	3.47	-3.14	3	0	14	3.93	3.85	2	3	6	2.30	2.14	2	1	6	5.23	[illegible]
3	2	14	1.27	[illegible]	3	0	15	[illegible]	7.75	2	3	7	5.62	-5.06	2	1	7	[illegible]	[illegible]
3	2	15	3.61	-6.21	3	0	16	11.71	11.[illegible]	2	3	8	10.65	-10.74	2	1	8	13.[illegible]	14.71
3	2	16	3.90	-3.10	3	0	17	1.43	-1.47	2	3	9	1.34	-1.26	2	1	9	[illegible]	[illegible]
3	2	17	1.22	[illegible]	3	0	18	11.15	10.13	2	3	10	12.34	-14.52	2	1	10	[illegible]	[illegible]
3	2	18	3.21	-7.96	3	0	19	7.05	-7.37	2	3	11	2.77	2.68	2	1	11	[illegible]	[illegible]
3	2	19	6.14	6.82	3	0	20	1.43	1.57	2	3	12	10.00	-10.96	2	1	12	1.30	[illegible]
3	2	21	1.93	-1.[illegible]	3	0	21	6.72	-7.12	2	3	13	1.17	-1.28	2	1	13	[illegible]	[illegible]
3	2	21	1.80	[illegible]	3	0	22	7.45	-7.34	2	3	14	3.43	-0.55	2	1	14	13.[illegible]	[illegible]
3	2	23	6.43	[illegible]	3	0	24	2.22	-1.95	2	3	15	2.03	1.20	2	1	15	[illegible]	[illegible]
3	2	25	4.55	[illegible]	3	0	25	4.42	-5.66	2	3	16	4.80	-4.74	2	1	16	[illegible]	[illegible]
3	2	26	5.[illegible]	[illegible]	3	0	26	1.64	-1.16	2	3	17	8.95	7.71	2	1	17	[illegible]	[illegible]
3	3	2	[illegible]	-5.32	3	0	28	[illegible]	-1.77	2	3	18	4.15	3.65	2	1	18	[illegible]	[illegible]
3	3	3	12.[illegible]	11.[illegible]	3	1	1	12.7[illegible]	-11.75	2	3	20	4.14	4.08	2	1	19	1.17	[illegible]
3	3	4	[illegible]	-12.30	3	1	2	15.25	15.30	2	3	22	4.75	4.94	2	1	20	5.47	[illegible]
3	3	5	[illegible]	[illegible]	3	1	3	22.64	-22.[illegible]	2	3	23	1.44	1.74	2	1	21	[illegible]	[illegible]
3	3	6	14.45	-14.15	3	1	4	27.40	27.64	2	3	24	6.03	5.90	2	1	22	5.54	[illegible]
3	3	7	4.64	-4.33	3	1	5	1.33	[illegible]	2	4	0	[illegible]	6.44	2	1	23	2.34	[illegible]
3	3	8	[illegible]	[illegible]	3	1	6	20.50	[illegible]	2	4	1	2.05	-2.20	2	1	24	1.11	-6.[illegible]
3	3	9	3.50	[illegible]	3	1	7	9.34	6.05	2	4	2	2.57	-2.43	2	1	26	3.22	[illegible]
3	3	10	3.59	[illegible]	3	1	8	11.21	12.52	2	4	3	8.15	-7.55	2	2	0	2.65	[illegible]
3	3	11	7.22	-7.[illegible]	3	1	9	3.87	-6.70	2	4	4	2.31	-2.71	2	2	1	[illegible]	[illegible]
3	3	12	4.02	3.77	3	1	10	5.47	5.38	2	4	5	15.15	-14.87	2	2	2	5.27	[illegible]
3	3	13	[illegible]	-6.[illegible]	3	1	11	3.99	10.15	2	4	6	0.30	-0.39	2	2	3	10.[illegible]	[illegible]
3	3	14	7.03	7.22	3	1	12	7.61	-7.23	2	4	7	9.15	-9.14	2	2	4	5.6[illegible]	5.72
3	3	15	1.55	1.94	3	1	13	14.24	13.90	2	4	8	1.33	-1.64	2	2	5	32.9[illegible]	[illegible]
3	3	16	0.53	0.65	3	1	14	11.20	-10.75	2	4	9	6.02	-6.37	2	2	6	[illegible]	3.24
3	3	18	0.4[illegible]	0.53	3	1	15	3.33	-2.99	2	4	10	5.17	5.27	2	2	7	10.47	1.[illegible]

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
[illegible]	[illegible]	12	[illegible]	-7.[illegible]	4	2	24	2.53	5.93	4	0	23	3.13	-3.21	3	3	19	1.22	1.23
5	0	13	[illegible]	[illegible]	4	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]	4	0	24	6.00	-6.99	3	3	20	3.[illegible]	[illegible]
5	[illegible]	14	[illegible]	-14.77	4	3	1	4.15	-4.07	4	1	0	3.23	-3.27	3	3	21	4.03	4.32
5	[illegible]	15	[illegible]	-1.[illegible]	4	3	2	5.74	-5.65	4	1	1	2.32	[illegible]	3	3	22	2.37	3.16
5	0	16	9.[illegible]	-6.82	4	3	3	11.22	-10.81	4	1	2	3.85	18.09	3	4	1	1.[illegible]	-1.79
[illegible]	[illegible]	17	[illegible]	0.[illegible]	4	3	4	5.57	-5.05	4	1	3	18.13	17.96	3	4	2	5.52	-4.36
5	[illegible]	18	3.[illegible]	-[illegible]	4	3	5	15.35	-17.96	4	1	4	3.37	6.62	3	4	3	[illegible]	-3.94
[illegible]	[illegible]	19	1.[illegible]	-1.29	4	3	6	1.52	1.24	4	1	5	31.82	[illegible]	3	4	4	2.23	-2.11
[illegible]	[illegible]	20	[illegible]	-[illegible]	4	3	7	13.23	-12.96	4	1	6	1.[illegible]	[illegible]	3	4	5	2.33	[illegible]
[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	-[illegible]	4	3	8	[illegible]	0.08	4	1	7	19.45	19.42	3	4	6	5.17	-5.27
[illegible]	[illegible]	23	3.[illegible]	-[illegible]	4	3	9	7.94	-8.34	4	1	8	1.23	-1.3[illegible]	3	4	7	[illegible]	[illegible]
5	0	25	1.[illegible]	-0.[illegible]	4	3	10	3.53	0.78	4	1	9	13.23	13.03	3	4	8	5.31	-6.15
5	0	26	[illegible]	[illegible]	4	3	11	2.93	-3.27	4	1	10	0.90	-6.39	3	4	9	7.20	7.36
5	[illegible]	1	25.27	[illegible]	4	3	12	0.24	6.65	4	1	11	5.38	[illegible]	3	4	11	7.62	7.60
5	1	2	6.[illegible]	6.63	4	3	13	5.43	[illegible]	4	1	12	9.64	-17.[illegible]	3	4	13	5.45	5.67
5	1	3	7.27	7.[illegible]	4	3	14	2.3[illegible]	2.03	4	1	13	8.54	-[illegible]	3	4	15	3.65	[illegible]
5	1	4	8.47	[illegible]	4	3	15	6.81	6.58	4	1	14	3.45	-3.[illegible]	3	4	16	[illegible]	[illegible]
5	1	5	9.79	1.[illegible]	4	3	17	7.53	7.62	4	1	15	9.65	-[illegible]	3	4	18	4.35	[illegible]
5	1	6	[illegible]	[illegible]	4	3	19	5.34	6.03	4	1	16	1.79	-[illegible]	3	4	19	3.55	-3.75
5	1	7	2.31	-6.5[illegible]	4	3	21	2.81	2.72	4	1	17	11.34	-11.94	3	5	2	3.55	3.75
5	1	8	5.27	5.22	4	3	25	3.09	-2.41	4	1	18	1.33	-1.97	3	5	3	4.[illegible]	-5.24
5	1	9	17.[illegible]	-17.47	4	4	0	11.22	-11.24	4	1	19	8.35	-8.76	3	5	4	5.92	[illegible]
5	1	10	3.5[illegible]	-3.[illegible]	4	4	1	4.51	4.25	4	1	20	3.57	3.50	3	5	6	2.55	[illegible]
5	1	11	12.34	-12.47	4	4	2	7.73	-7.58	4	1	21	3.84	-3.79	3	5	7	2.33	1.30
5	1	12	3.32	-2.71	4	4	3	3.07	2.93	4	1	22	3.85	3.77	3	5	8	3.64	[illegible]
[illegible]	1	13	4.67	-4.56	4	4	4	4.07	-4.87	4	1	25	3.34	3.52	3	5	13	[illegible]	[illegible]
5	1	14	7.3[illegible]	-[illegible]	4	4	6	1.17	0.51	4	1	26	1.94	0.79	3	5	16	3.4[illegible]	[illegible]
5	1	15	[illegible]	-7.[illegible]	4	4	7	5.15	5.59	4	1	27	4.02	4.36	4	0	0	31.13	-30.[illegible]
5	1	16	3.76	-5.[illegible]	4	4	8	5.55	5.01	4	2	0	22.5[illegible]	21.00	4	0	1	15.[illegible]	[illegible]
5	1	17	[illegible]	2.[illegible]	4	4	10	5.22	6.09	4	2	1	8.09	-7.86	4	0	2	13.97	-13.[illegible]
5	1	18	4.57	-4.23	4	4	12	9.39	9.31	4	2	2	13.20	12.19	4	0	3	[illegible]	[illegible]
5	1	19	7.[illegible]	7.[illegible]	4	4	14	0.23	6.43	4	2	3	0.33	-0.06	4	0	4	12.30	-12.47
5	1	23	7.[illegible]	7.[illegible]	4	4	17	3.33	-3.76	4	2	4	9.19	9.21	4	0	5	[illegible]	[illegible]
5	1	25	3.27	[illegible]	4	5	0	[illegible]	6.32	4	2	5	2.71	2.07	4	0	6	[illegible]	[illegible]
5	2	1	3.[illegible]	5.[illegible]	4	5	3	5.25	5.31	4	2	6	2.33	-[illegible]	4	0	7	1.[illegible]	[illegible]
5	2	2	0.[illegible]	-[illegible]	4	5	5	7.89	8.20	4	2	7	10.74	-10.[illegible]	4	0	8	12.[illegible]	[illegible]
5	2	3	1.[illegible]	[illegible]	4	5	7	0.53	6.31	4	2	8	10.73	-15.76	4	0	9	[illegible]	[illegible]
5	2	4	[illegible]	-21.[illegible]	4	5	9	4.04	3.76	4	2	9	4.79	-[illegible]	4	0	10	17.5[illegible]	17.[illegible]
5	2	5	[illegible]	-[illegible]	4	5	11	1.00	1.45	4	2	10	14.73	-14.06	4	0	11	2.52	-2.7[illegible]
5	2	6	17.[illegible]	-17.[illegible]	5	0	1	6.82	-7.36	4	2	11	2.60	2.42	4	0	12	23.93	23.[illegible]
5	2	7	3.[illegible]	-3.33	5	0	2	8.30	7.86	4	2	12	16.74	-16.90	4	0	13	1.00	[illegible]
5	2	[illegible]	[illegible]	-4.[illegible]	5	0	3	14.45	-14.53	4	2	13	0.83	-0.57	4	0	14	14.69	15.[illegible]
5	2	[illegible]	[illegible]	-[illegible]	5	0	4	23.73	30.76	4	2	14	11.52	-11.72	4	0	15	2.13	[illegible]
5	2	11	5.7[illegible]	-[illegible]	5	0	5	1.41	1.74	4	2	15	1.87	1.97	4	0	16	2.59	[illegible]
5	2	12	[illegible]	-6.[illegible]	5	0	6	22.65	22.62	4	2	16	4.85	-4.90	4	0	17	3.[illegible]	-[illegible]
5	2	13	2.[illegible]	2.94	5	0	7	3.87	3.73	4	2	17	0.78	0.84	4	0	18	2.64	-2.43
5	2	14	[illegible]	-[illegible]	5	0	8	4.34	4.01	4	2	18	2.35	2.14	4	0	19	1.50	-1.[illegible]
[illegible]	2	15	1.[illegible]	[illegible]	5	0	9	1.30	0.78	4	2	20	5.37	5.19	4	0	20	5.60	-6.62
[illegible]	2	16	1.20	1.[illegible]	5	0	10	3.85	6.94	4	2	22	7.25	7.17	4	0	22	3.75	-6.85
[illegible]	2	19	7.37	7.49	5	0	11	7.13	7.78	4	2	23	2.53	2.57					

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
6	4	17	4.52	-5.45	5	2	8	2.73	[illegible]	6	0	6	2.17	-4.18	5	2	17	2.7[illegible]	[illegible]
7	0	1	24.63	22.83	6	2	9	3.[illegible]	[illegible]	6	0	7	12.27	13.54	5	2	18	2.17	[illegible]
7	0	2	4.24	3.91	6	2	10	3.40	4.45	6	0	8	4.1	-4.71	5	2	19	1.4[illegible]	1.4[illegible]
7	0	3	7.22	7.[illegible]	6	2	11	2.3[illegible]	[illegible]	6	0	9	11.54	11.6[illegible]	5	2	20	[illegible]	[illegible]
7	0	4	2.53	[illegible]	6	2	12	3.[illegible]	2.63	6	0	10	[illegible]	[illegible]	5	2	21	[illegible]	[illegible]
7	0	5	7.0	[illegible]	6	2	13	4.23	3.53	6	0	11	5.7	3.2[illegible]	5	2	23	[illegible]	[illegible]
7	0	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	2	14	3.27	[illegible]	6	0	12	11.[illegible]	-11.[illegible]	5	2	24	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	7	7.31	[illegible]	6	2	15	6.17	6.77	6	0	13	[illegible]	[illegible]	5	2	26	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	8	3.73	3.92	6	2	16	1.93	[illegible]	6	0	14	3.72	[illegible]	5	3	1	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	9	15.33	[illegible]	6	2	17	3.40	[illegible]	6	0	15	[illegible]	[illegible]	5	3	2	[illegible]	[illegible]
7	0	10	2.33	[illegible]	6	2	19	5.27	[illegible]	6	0	16	[illegible]	[illegible]	5	3	3	[illegible]	[illegible]
7	0	11	11.23	[illegible]	6	2	20	2.42	[illegible]	6	0	17	11.30	-11.11	5	3	4	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	2.33	[illegible]	6	2	22	2.43	[illegible]	6	0	18	1.96	[illegible]	5	3	5	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	13	[illegible]	[illegible]	6	3	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	0	19	[illegible]	[illegible]	5	3	6	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	14	2.12	[illegible]	6	3	1	4.75	4.53	6	0	21	3.23	[illegible]	5	3	7	3.31	[illegible]
7	0	15	7.42	[illegible]	6	3	2	10.21	-10.27	6	0	22	3.41	3.[illegible]	5	3	8	[illegible]	[illegible]
7	0	16	1.97	[illegible]	6	3	3	4.47	[illegible]	6	0	23	[illegible]	[illegible]	5	3	9	[illegible]	[illegible]
7	0	17	1.57	1.48	6	3	4	7.13	-7.54	6	0	27	3.61	3.74	5	3	10	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	19	3.23	[illegible]	6	3	5	2.01	[illegible]	6	0	28	1.73	1.61	5	3	11	4.73	[illegible]
7	[illegible]	21	3.34	[illegible]	6	3	6	2.51	[illegible]	6	1	0	12.73	13.30	5	3	12	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	23	0.[illegible]	[illegible]	6	3	7	7.24	6.15	6	1	1	0.24	-6.36	5	3	13	3.73	[illegible]
7	[illegible]	2[illegible]	[illegible]	[illegible]	7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	1	2	14.94	14.[illegible]	5	3	14	[illegible]	[illegible]
7	1	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	1	3	4.11	[illegible]	5	3	15	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	1	4	11.63	11.47	5	3	16	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	2.[illegible]	[illegible]	6	3	11	[illegible]	[illegible]	6	1	5	3.84	[illegible]	5	3	17	[illegible]	[illegible]
7	1	4	13.[illegible]	[illegible]	6	3	14	3.93	4.75	6	1	6	3.47	-3.31	5	3	20	[illegible]	[illegible]
7	1	[illegible]	2.2[illegible]	[illegible]	6	3	15	[illegible]	[illegible]	6	1	7	16.21	-12.95	5	3	21	[illegible]	[illegible]
7	1	[illegible]	1.[illegible]	[illegible]	6	3	16	[illegible]	[illegible]	6	1	8	8.37	-7.46	5	3	23	[illegible]	[illegible]
7	1	7	1.3	[illegible]	[illegible]	3	17	[illegible]	[illegible]	6	1	9	6.83	[illegible]	5	4	2	3.33	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	3	2[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	1	10	[illegible]	[illegible]	5	4	3	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	3.[illegible]	[illegible]	6	1	12	1.2[illegible]	[illegible]	5	4	4	1.[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	1	13	12.[illegible]	-13.83	5	4	5	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	11	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	[illegible]	[illegible]	5.10	6	1	15	2.[illegible]	[illegible]	5	4	10	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	12	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	3.61	3.47	6	1	16	[illegible]	-17.27	5	4	11	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	[illegible]	[illegible]	-3.[illegible]	6	5	7	[illegible]	-3.66	6	1	19	3.19	3.32	5	4	12	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	14	12.[illegible]	[illegible]	6	5	9	[illegible]	-1.93	6	1	18	2.[illegible]	-2.[illegible]	5	4	13	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	15	[illegible]	[illegible]	6	5	11	[illegible]	-0.14	6	1	17	[illegible]	6.77	5	4	15	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	1[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	5	12	[illegible]	-5.92	6	1	18	[illegible]	[illegible]	5	4	16	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	16	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	[illegible]	4.54	4.63	6	1	20	[illegible]	5.93	5	4	20	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	2[illegible]	7.[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	[illegible]	[illegible]	[illegible]	6	1	22	[illegible]	[illegible]	5	4	21	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	21	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	4	[illegible]	[illegible]	6	1	24	[illegible]	[illegible]	5	5	1	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	23	[illegible]	1.03	6	[illegible]	5	[illegible]	[illegible]	6	1	26	[illegible]	[illegible]	5	5	6	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	24	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	7	[illegible]	[illegible]	6	2	0	2.7[illegible]	[illegible]	5	5	7	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	27	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	8	[illegible]	[illegible]	6	2	1	[illegible]	[illegible]	5	5	11	[illegible]	[illegible]
7	2	1	17.43	-17.56	6	[illegible]	9	[illegible]	[illegible]	6	2	2	9.12	[illegible]	6	0	[illegible]	2.7[illegible]	[illegible]
7	2	2	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	10	[illegible]	-2.32	6	2	3	11.97	-11.49	6	0	1	7.11	[illegible]
7	2	3	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	11	1.27	[illegible]	6	2	4	[illegible]	[illegible]	6	0	2	11.51	[illegible]
7	2	4	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	12	3.61	[illegible]	6	2	5	19.[illegible]	-19.32	6	0	3	14.9[illegible]	[illegible]
7	2	5	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	15	[illegible]	[illegible]	6	2	6	[illegible]	[illegible]	6	0	4	[illegible]	[illegible]
7	[illegible]	6	[illegible]	[illegible]	6	[illegible]	16	[illegible]	[illegible]	6	2	7	15.[illegible]	-15.[illegible]	6	0	5	13.43	14.91

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
8	0	23	2.40	1.27	8	2	20	4.43	-4.43	8	0	9	6.00	-6.21	7	2	7	9.35	[illegible]
5	0	24	3.15	-1.74	8	2	21	1.17	-1.31	8	0	10	7.11	-7.42	7	2	8	3.23	-2.93
5	1	1	13.83	-13.92	8	2	22	5.53	-5.65	8	0	11	3.33	-3.25	7	2	9	12.53	12.74
9	1	2	1.55	0.34	8	3	0	5.43	5.69	8	0	12	14.33	-14.83	7	2	10	1.03	0.87
9	1	3	2.25	-2.44	8	3	1	4.91	4.85	8	0	13	2.03	2.99	7	2	11	3.33	1.[illegible]
9	1	4	4.65	-4.17	8	3	2	0.23	0.71	8	0	14	5.51	-5.41	7	2	12	1.55	1.[illegible]
9	1	5	4.15	-4.43	8	3	3	0.77	0.68	8	0	15	4.45	4.55	7	2	13	5.13	[illegible]
9	1	6	1.34	-1.75	8	3	4	3.93	3.92	8	0	16	0.83	-1.04	7	2	14	3.24	[illegible]
9	1	7	0.9	0.45	8	3	5	6.12	6.31	8	0	17	5.07	4.93	7	2	15	5.93	[illegible]
9	1	8	[illegible]	-0.70	8	3	6	3.15	-2.91	8	0	19	3.23	3.40	7	2	19	3.49	[illegible]
9	1	9	11.72	11.46	8	3	7	10.23	10.17	8	0	20	5.23	5.30	7	2	21	4.52	[illegible]
9	1	10	1.15	-1.11	8	3	8	4.92	-4.97	8	0	22	6.51	6.51	7	2	22	1.23	[illegible]
9	1	11	12.44	10.74	8	3	9	5.72	5.36	8	0	23	1.23	0.75	7	2	23	5.53	-5.77
9	1	12	1.30	-0.23	8	3	10	4.23	-4.26	8	1	0	8.43	-8.55	7	3	[illegible]	2.57	-2.51
9	1	13	7.7	7.7	8	3	12	5.02	-5.09	8	1	1	7.00	-6.37	7	3	2	2.75	2.71
9	1	15	[illegible]	0.15	8	3	13	1.93	-1.97	8	1	2	10.13	-10.45	7	3	3	1.55	-1.35
9	1	16	2.51	-0.23	8	3	15	4.43	-4.74	8	1	3	10.02	-10.07	7	3	4	12.11	12.17
9	1	17	[illegible]	-0.45	8	3	17	7.13	-7.29	8	1	4	5.43	-5.67	7	3	5	0.57	0.74
9	1	19	4.51	-4.39	8	3	20	1.64	1.66	8	1	5	8.43	-8.90	7	3	6	15.95	16.96
9	1	21	4.95	-4.89	8	4	0	5.37	5.61	8	1	6	4.33	4.41	7	3	7	1.45	1.[illegible]
9	1	23	0.32	-0.46	8	4	2	7.17	7.41	8	1	7	14.97	-15.07	7	3	8	3.21	3.21
9	2	1	2.93	-3.11	8	4	4	4.97	4.77	8	1	8	8.11	8.39	7	3	9	2.54	3.[illegible]
9	2	2	3.47	3.04	8	4	6	2.19	-2.10	8	1	9	3.24	-8.14	7	3	10	0.34	0.51
9	2	3	2.21	3.32	8	4	7	4.01	-4.79	8	1	10	0.22	0.20	7	3	11	3.17	3.[illegible]
9	2	4	10.81	11.17	8	4	8	3.23	-2.94	8	1	11	1.12	0.33	7	3	13	2.60	[illegible]
9	2	5	[illegible]	6.36	8	4	9	2.90	-2.97	8	1	12	8.37	8.61	7	3	14	3.60	[illegible]
9	2	6	10.71	11.22	8	4	10	3.64	-3.93	8	1	13	2.44	2.96	7	3	16	3.65	[illegible]
9	2	7	0.55	-0.46	8	4	12	5.80	-6.78	8	1	14	3.52	3.78	7	3	18	3.73	[illegible]
9	2	8	5.23	5.24	8	4	14	2.85	-2.68	8	1	15	0.55	0.68	7	3	20	[illegible]	[illegible]
9	2	9	4.75	4.03	8	5	0	2.42	-2.86	8	1	17	10.43	10.27	7	4	1	[illegible]	[illegible]
9	2	10	7.14	7.44	8	5	3	3.13	-3.25	8	1	19	4.51	4.76	7	4	5	3.15	[illegible]
9	2	14	7.[illegible]	-7.35	8	5	7	5.14	-4.93	8	1	21	2.53	2.91	7	4	6	2.73	[illegible]
9	2	16	[illegible]	-0.31	8	5	8	3.79	2.14	8	1	22	3.31	-3.[illegible]	7	4	7	[illegible]	[illegible]
9	2	18	3.12	-0.91	8	5	9	3.17	-2.02	8	2	0	5.10	-4.02	7	4	9	7.34	-7.17
9	2	19	3.71	-2.13	9	0	1	3.82	3.94	8	2	1	3.33	3.16	7	4	11	5.63	[illegible]
9	2	20	5.[illegible]	-4.52	9	0	2	4.01	-4.37	8	2	2	13.07	-12.22	7	4	13	4.12	[illegible]
9	2	23	0.[illegible]	-0.13	9	0	3	2.95	-2.87	8	2	3	6.47	6.35	7	4	15	3.53	-3.45
9	3	1	3.11	3.57	9	0	4	13.07	-13.73	8	2	4	8.72	-8.91	7	4	16	1.37	[illegible]
9	3	3	2.67	[illegible]	9	0	5	0.55	-0.69	8	2	5	7.33	7.77	7	5	4	5.75	[illegible]
9	3	7	4.35	[illegible]	9	0	6	12.73	-13.21	8	2	6	3.54	3.45	7	5	6	3.03	[illegible]
9	3	9	3.34	-0.17	9	0	7	0.97	1.46	8	2	7	7.77	8.21	7	5	11	1.34	[illegible]
9	3	11	7.71	-7.52	9	0	8	5.95	-6.95	8	2	8	5.51	5.24	8	0	0	11.25	11.[illegible]
9	3	13	5.17	-5.29	9	0	9	5.77	-5.73	8	2	9	5.03	5.01	8	0	1	3.53	-3.[illegible]
9	3	15	4.35	-4.15	9	0	10	8.93	-9.57	8	2	10	6.11	6.[illegible]	8	0	2	15.23	15.[illegible]
9	3	19	3.54	3.24	9	0	11	1.52	-1.14	8	2	11	2.33	2.96	8	0	3	5.35	[illegible]
9	4	3	1.27	-1.22	9	0	12	1.93	2.03	8	2	12	11.75	10.03	8	0	4	12.71	10.[illegible]
9	4	4	0.22	-0.43	9	0	13	1.17	0.90	8	2	13	2.45	-2.20	8	0	5	3.95	-5.05
9	4	6	0.31	-0.51	9	0	14	3.52	3.62	8	2	14	5.12	4.52	8	0	6	3.33	[illegible]
9	4	14	4.53	4.34	9	0	16	0.74	7.59	8	2	15	3.95	-3.00	8	0	7	4.15	-4.05
9	5	3	1.71	-2.27	9	0	18	8.19	7.68	8	2	17	4.53	-4.20	8	0	8	5.55	-4.55

H	K	L	FO	FC
12	1	17	4.44	-4.06
12	1	20	2.54	2.40
12	2	0	4.74	4.64
12	2	2	5.31	5.17
12	2	3	5.34	-5.35
12	2	5	8.13	-7.40
12	2	7	4.42	-4.40
12	2	9	2.94	-3.16
12	2	10	4.29	-4.31
12	2	12	4.32	-4.27
12	2	13	2.95	3.44
12	2	15	3.53	3.52
12	2	16	1.27	-0.96
12	2	17	3.15	3.03
12	3	0	7.50	-7.45
12	3	3	3.03	-3.73
12	3	7	4.73	-4.51
12	3	10	4.97	4.26
12	4	2	3.35	-2.90
12	4	3	3.21	2.95
13	0	2	5.44	6.06
13	0	3	1.53	1.46
13	0	4	6.07	6.02
13	0	6	7.72	7.64
13	0	8	6.07	6.85
13	0	13	1.75	-1.56
13	0	14	3.45	-3.24
13	0	16	5.72	-5.34
13	0	18	4.05	-4.54
13	1	1	6.46	6.74
13	1	4	1.64	-0.25
13	1	9	5.05	-4.51
13	1	11	6.62	-6.42
13	1	13	5.13	-5.04
13	1	15	2.03	-2.24
13	2	1	1.17	-0.42
13	2	2	5.20	-5.49
13	2	4	5.11	-5.05
13	2	6	5.63	-6.42
13	2	8	5.57	-5.53
13	2	14	3.41	2.70
13	3	1	4.73	-4.77
13	3	2	1.84	1.70
13	3	7	1.66	2.10
13	3	8	1.54	1.45
13	3	9	3.45	3.19
13	3	11	4.83	4.55
14	0	0	8.84	8.00
14	0	3	3.85	3.73
14	0	4	1.98	2.10

H	K	L	FO	FC
11	1	14	5.22	-4.85
11	1	16	6.35	-6.27
11	1	18	5.89	-5.62
11	1	20	2.90	-2.63
11	1	22	3.71	-3.35
11	2	1	7.57	8.00
11	2	3	4.25	4.58
11	2	5	2.22	2.31
11	2	7	4.33	-4.01
11	2	9	7.33	-6.92
11	2	11	7.73	-7.61
11	2	13	5.74	-5.66
11	3	4	6.03	-6.37
11	3	5	3.61	6.63
11	3	6	6.73	-7.03
11	3	8	9.18	-9.20
11	3	10	3.13	-3.16
11	3	14	3.53	3.51
11	3	16	4.97	4.37
11	4	1	5.02	-4.62
11	4	9	4.27	4.09
11	3	2	4.07	-4.41
12	0	0	5.63	-5.57
12	0	2	8.03	-8.38
12	0	3	5.94	6.10
12	0	4	3.11	-2.84
12	0	5	9.69	9.61
12	0	7	5.12	5.14
12	0	8	4.34	4.50
12	0	10	5.10	5.15
12	0	11	1.62	1.99
12	0	12	5.03	5.10
12	0	13	3.67	-4.17
12	0	15	4.73	-4.15
12	0	17	3.73	-3.06
12	0	19	4.13	-4.52
12	1	0	10.43	10.60
12	1	1	3.44	3.50
12	1	2	5.43	5.55
12	1	3	5.91	5.75
12	1	4	3.45	3.63
12	1	5	4.16	4.23
12	1	7	6.70	6.54
12	1	8	3.33	-3.43
12	1	9	3.73	3.23
12	1	10	6.15	-6.03
12	1	12	4.21	-4.25
12	1	14	4.03	-4.53
12	1	15	3.28	-3.32
12	1	16	3.18	-2.92

H	K	L	FO	FC
10	2	12	4.72	-5.11
10	2	13	2.35	-1.87
10	2	15	4.51	-4.54
10	2	17	6.95	-6.45
10	2	18	[illegible]	[illegible]
10	2	19	3.44	-2.73
10	2	22	2.69	2.38
10	3	0	6.03	6.21
10	3	2	7.99	7.77
10	3	3	4.83	-4.93
10	3	4	4.63	4.34
10	3	5	7.05	-7.27
10	3	7	4.70	-4.70
10	3	9	2.93	-3.01
10	3	10	4.42	-4.29
10	3	11	2.11	-1.79
10	3	12	6.13	-5.93
10	4	0	5.55	-5.55
10	4	2	4.22	-3.98
10	4	4	2.75	-2.52
10	4	7	5.53	-5.35
10	4	8	2.55	2.55
10	4	9	3.03	-2.75
10	4	12	3.24	3.17
11	0	1	9.27	-9.53
11	0	2	2.77	2.02
11	0	3	5.17	-5.35
11	0	4	1.00	-0.98
11	0	5	2.55	-3.03
11	0	6	1.32	1.25
11	0	7	4.73	4.90
11	0	8	1.60	1.36
11	0	9	8.36	8.32
11	0	11	9.03	9.35
11	0	12	0.55	-2.77
11	0	13	6.63	7.07
11	0	15	4.72	4.55
11	0	16	1.43	-0.44
11	0	19	3.93	-3.77
11	0	21	4.47	-4.91
11	1	1	2.17	-2.07
11	1	2	5.94	6.39
11	1	3	2.73	2.59
11	1	4	3.32	3.06
11	1	5	0.55	-0.93
11	1	6	9.57	9.96
11	1	8	7.17	7.50
11	1	9	2.93	2.64
11	1	10	4.94	4.98
11	1	13	2.73	-2.59

H	K	L	FO	FC
10	0	0	11.74	[illegible]
10	0	1	[illegible]	[illegible]
10	0	2	[illegible]	[illegible]
10	0	3	[illegible]	[illegible]
10	0	4	[illegible]	[illegible]
10	0	5	[illegible]	[illegible]
10	0	6	[illegible]	[illegible]
10	0	7	11.03	[illegible]
10	0	8	[illegible]	[illegible]
10	0	9	[illegible]	[illegible]
10	0	10	[illegible]	[illegible]
10	0	11	[illegible]	[illegible]
10	0	12	[illegible]	[illegible]
10	0	13	[illegible]	[illegible]
10	0	14	[illegible]	[illegible]
10	0	15	[illegible]	[illegible]
10	0	17	[illegible]	[illegible]
10	0	18	[illegible]	[illegible]
10	0	19	[illegible]	[illegible]
10	1	0	[illegible]	[illegible]
10	1	1	[illegible]	[illegible]
10	1	2	11.61	-11.62
10	1	3	7.03	[illegible]
10	1	4	[illegible]	[illegible]
10	1	5	12.42	[illegible]
10	1	6	[illegible]	[illegible]
10	1	7	[illegible]	[illegible]
10	1	8	[illegible]	[illegible]
10	1	9	[illegible]	[illegible]
10	1	10	[illegible]	[illegible]
10	1	11	[illegible]	[illegible]
10	1	12	[illegible]	[illegible]
10	1	13	[illegible]	[illegible]
10	1	15	[illegible]	[illegible]
10	1	16	[illegible]	[illegible]
10	1	17	[illegible]	[illegible]
10	1	19	[illegible]	[illegible]
10	1	22	[illegible]	[illegible]
10	2	[illegible]	[illegible]	[illegible]
10	2	1	[illegible]	[illegible]
10	2	2	[illegible]	[illegible]
10	2	3	[illegible]	[illegible]
10	2	4	[illegible]	[illegible]
10	2	5	[illegible]	[illegible]
10	2	6	[illegible]	[illegible]
10	2	7	[illegible]	[illegible]
10	2	8	[illegible]	[illegible]
10	2	9	[illegible]	[illegible]
10	2	10	[illegible]	[illegible]
10	2	11	1.35	-1.42

5.4. Strukturfaktoren von $KHg(NCO)_3$

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
7	3	0	2.68	2.87	4	0	0	17.64	17.11
8	3	0	9.38	-9.72	6	0	0	11.65	11.55
9	3	0	13.22	14.03	8	0	0	11.35	-12.07
10	3	0	0.37	-0.73	10	0	0	20.82	-21.86
11	3	0	15.50	16.62	12	0	0	14.47	-15.29
12	3	0	1.79	-1.59	14	0	0	21.49	-20.34
13	3	0	19.96	18.59	16	0	0	15.42	-14.82
14	3	0	1.15	-1.22	18	0	0	6.03	-5.89
15	3	0	14.34	14.27	2	1	0	14.53	-14.10
16	3	0	4.63	4.63	3	1	0	15.81	15.35
17	3	0	3.63	3.61	4	1	0	17.22	-16.92
0	4	0	25.14	-25.46	5	1	0	5.66	5.70
1	4	0	6.18	6.35	6	1	0	23.33	-23.44
2	4	0	16.53	-16.96	7	1	0	4.52	-4.22
3	4	0	13.34	14.30	8	1	0	25.32	-25.65
4	4	0	10.02	-10.26	9	1	0	4.08	-3.78
5	4	0	8.60	9.18	10	1	0	13.36	-14.10
6	4	0	6.13	-6.28	11	1	0	11.93	-12.76
7	4	0	18.42	19.52	12	1	0	4.23	-4.56
8	4	0	6.51	6.81	13	1	0	16.33	-15.04
9	4	0	12.26	13.19	14	1	0	1.09	-0.73
10	4	0	10.72	12.01	15	1	0	5.95	-5.56
11	4	0	3.72	3.43	16	1	0	8.19	7.76
12	4	0	16.40	15.77	17	1	0	5.91	-5.63
13	4	0	1.12	0.36	18	1	0	12.43	12.60
14	4	0	14.71	14.33	0	2	0	6.44	-6.63
15	4	0	2.57	-2.37	1	2	0	3.60	-3.56
16	4	0	10.03	10.27	2	2	0	12.18	-12.00
17	4	0	9.82	-10.07	3	2	0	16.72	-16.69
1	5	0	2.75	2.58	4	2	0	8.00	-7.92
2	5	0	9.66	10.31	5	2	0	34.05	-34.29
3	5	0	4.36	-4.22	6	2	0	7.94	-8.03
4	5	0	22.35	23.26	7	2	0	21.83	-22.04
5	5	0	3.05	3.26	8	2	0	0.90	0.76
6	5	0	22.25	23.60	9	2	0	20.29	-21.21
7	5	0	2.35	2.85	10	2	0	2.55	2.71
8	5	0	14.66	15.38	11	2	0	13.14	-14.10
9	5	0	4.38	-5.16	12	2	0	8.91	9.55
10	5	0	14.54	13.67	13	2	0	0.97	0.37
11	5	0	1.73	-1.55	14	2	0	6.48	6.32
12	5	0	5.22	4.89	15	2	0	6.30	6.12
13	5	0	1.32	-0.16	16	2	0	4.55	4.25
14	5	0	3.60	-3.70	17	2	0	9.93	10.11
15	5	0	5.45	-5.42	18	2	0	2.85	3.27
16	5	0	6.49	-6.56	1	3	0	30.41	-31.46
0	6	0	14.97	16.20	2	3	0	3.73	-3.87
1	6	0	1.84	1.66	3	3	0	13.72	-14.39
2	6	0	17.71	18.73	4	3	0	4.03	3.54
3	6	0	6.54	6.33	5	3	0	9.94	-10.14
4	6	0	12.10	12.83	6	3	0	6.02	-6.09

H	K	L	FO	FC
14	0	9	4.12	3.85
14	0	8	3.34	-2.71
14	0	10	5.63	-5.71
14	0	11	0.61	0.27
14	0	12	3.69	-2.97
14	0	13	0.65	-1.11
14	0	14	4.25	-4.21
14	1	3	4.13	-4.11
14	1	5	7.11	-6.71
14	1	7	4.29	-4.35
14	1	10	3.26	-3.17
14	1	12	2.90	-2.35
14	2	0	7.39	-7.22
14	2	2	3.57	-3.34
14	2	5	3.33	-3.26
14	2	7	2.41	[illegible]
14	2	10	5.03	4.7[illegible]
14	3	1	3.05	[illegible]
14	3	3	2.67	2.69
15	0	2	1.50	-1.35
15	0	3	5.15	5.14
15	0	9	2.93	-2.80
15	0	11	4.07	-4.05
15	0	12	1.00	0.15
15	1	2	4.37	-4.31
15	1	3	0.65	-0.37
15	1	6	5.21	-4.87
15	1	8	4.47	[illegible]
16	0	0	1.37	1.53
16	0	4	0.65	0.03
16	0	5	5.35	-4.45
16	0	7	4.33	-3.3[illegible]
16	1	0	5.73	-5.5[illegible]
16	1	5	2.92	-2.35

R-WERT (UNGEWICHTET) 0,0417
R-WERT (GEWICHTET) 0,1026
MITTLERE STANDARDABWEICHUNG 0,0831

ENDE DER RECHNUNG

H	K	L	FO	FC
4	5	1	5.45	5.74
5	6	1	12.29	-13.54
6	6	1	1.66	1.82
7	6	1	19.32	-18.45
8	6	1	3.25	-3.27
9	6	1	14.07	-13.27
10	6	1	5.07	-5.24
11	6	1	4.44	-4.47
12	6	1	10.39	-10.72
13	6	1	1.94	-2.22
14	6	1	7.66	-7.59
1	7	1	9.73	-8.07
2	7	1	5.11	-4.76
3	7	1	5.73	-5.72
4	7	1	16.11	-15.08
5	7	1	4.53	-4.33
6	7	1	16.33	-16.02
7	7	1	1.68	-1.03
8	7	1	10.20	-9.90
9	7	1	5.47	5.11
10	7	1	10.57	-10.37
11	7	1	5.40	5.58
12	7	1	3.51	-4.00
13	7	1	5.15	5.40
0	8	1	14.70	-14.33
1	8	1	2.14	-2.10
2	8	1	15.32	-14.63
3	8	1	2.68	-2.33
4	8	1	10.62	-9.80
5	8	1	2.52	-2.50
6	8	1	1.22	0.59
7	8	1	5.42	-5.73
8	8	1	4.49	4.38
9	8	1	1.64	-1.33
10	8	1	8.22	8.28
11	8	1	1.17	-0.41
1	9	1	10.61	-10.05
2	9	1	3.34	4.45
3	9	1	5.76	-5.28
4	9	1	8.40	8.13
5	9	1	5.23	-5.29
6	9	1	3.64	3.30
7	9	1	1.00	-0.66
8	9	1	9.01	9.52
9	9	1	4.94	5.39
0	10	1	2.55	2.37
1	10	1	3.56	3.39
2	10	1	1.48	0.86
3	10	1	7.51	7.66
4	10	1	1.25	0.15

H	K	L	FO	FC
4	3	1	23.39	23.53
5	3	1	0.87	-0.98
6	3	1	24.37	24.75
7	3	1	3.55	3.57
8	3	1	20.10	21.03
9	3	1	1.84	-2.37
10	3	1	12.84	13.99
11	3	1	5.35	5.14
12	3	1	5.15	4.76
13	3	1	7.53	7.21
14	3	1	2.00	-1.64
15	3	1	1.66	-0.97
16	3	1	6.32	-6.80
17	3	1	2.08	1.91
0	4	1	11.90	12.22
1	4	1	1.22	1.59
2	4	1	16.85	17.01
3	4	1	11.03	11.34
4	4	1	11.22	11.63
5	4	1	19.80	20.06
6	4	1	4.30	4.92
7	4	1	17.26	17.38
8	4	1	2.13	-2.50
9	4	1	12.53	13.73
10	4	1	6.80	-6.11
11	4	1	11.62	10.95
12	4	1	14.35	-14.24
13	4	1	1.05	0.20
14	4	1	9.35	-9.93
15	4	1	4.44	-4.51
16	4	1	6.74	-6.53
1	5	1	24.02	25.20
2	5	1	1.17	0.82
3	5	1	12.71	13.48
4	5	1	5.23	-5.33
5	5	1	9.18	9.78
6	5	1	1.60	-1.80
7	5	1	0.50	-0.53
8	5	1	1.48	-1.03
9	5	1	11.44	-10.77
10	5	1	5.55	-5.26
11	5	1	14.27	-13.33
12	5	1	0.37	-0.23
13	5	1	15.01	-14.72
14	5	1	1.52	1.04
15	5	1	13.31	-13.55
0	6	1	7.22	7.70
1	6	1	6.64	-7.15
2	6	1	8.20	8.72
3	6	1	12.42	-13.44

H	K	L	FO	FC
2	10	0	11.47	-10.99
3	10	0	1.12	0.82
4	10	0	7.34	-7.34
5	10	0	2.74	2.41
6	10	0	1.97	-0.50
1	0	1	5.94	-5.24
5	0	1	37.50	-35.81
7	0	1	21.41	-21.23
9	0	1	21.47	-21.96
11	0	1	13.88	-13.59
13	0	1	0.97	0.67
15	0	1	6.54	6.42
17	0	1	10.13	10.25
2	1	1	9.25	-8.48
3	1	1	14.68	-13.77
4	1	1	4.51	-4.13
5	1	1	7.33	-7.24
6	1	1	14.40	-14.26
7	1	1	3.76	3.76
8	1	1	18.90	-19.06
9	1	1	9.33	10.49
10	1	1	7.83	-8.35
11	1	1	14.99	15.81
12	1	1	3.08	-3.48
13	1	1	18.74	17.65
14	1	1	1.32	-1.43
15	1	1	11.09	10.87
16	1	1	7.34	6.98
17	1	1	8.50	8.27
18	1	1	8.86	9.22
1	2	1	3.40	3.13
2	2	1	24.11	-22.76
3	2	1	8.92	8.18
4	2	1	14.10	-13.75
5	2	1	2.34	2.74
6	2	1	9.13	-8.99
7	2	1	11.84	11.91
8	2	1	9.09	9.46
9	2	1	7.42	7.70
10	2	1	16.35	17.49
11	2	1	1.58	1.76
12	2	1	16.57	15.23
13	2	1	0.83	0.26
14	2	1	17.99	17.64
15	2	1	1.27	-1.15
16	2	1	13.11	13.17
17	2	1	6.26	-6.46
1	3	1	4.94	-5.17
2	3	1	14.18	13.84
3	3	1	12.29	-12.11

H	K	L	FO	FC
5	6	0	10.13	10.55
6	6	0	0.87	0.83
7	6	0	12.03	13.27
8	6	0	4.63	-4.57
9	6	0	7.51	7.42
10	6	0	9.16	-8.78
11	6	0	6.57	6.23
12	6	0	16.43	-15.88
13	6	0	1.32	0.53
14	6	0	12.03	-12.08
15	6	0	2.80	-2.63
1	7	0	16.30	18.73
2	7	0	2.53	-2.23
3	7	0	9.71	10.34
4	7	0	7.13	-7.74
5	7	0	3.61	3.31
6	7	0	7.47	-7.22
7	7	0	1.41	0.87
8	7	0	8.02	-7.81
9	7	0	8.31	-3.06
10	7	0	8.07	-7.83
11	7	0	10.92	-10.56
12	7	0	2.32	-2.36
13	7	0	11.26	-11.46
14	7	0	1.84	1.56
15	7	0	1.70	0.97
1	8	0	6.50	-6.12
2	8	0	3.64	3.33
3	8	0	12.33	-11.83
4	8	0	2.97	2.53
5	8	0	15.36	-14.43
6	8	0	1.30	-0.80
7	8	0	16.33	-16.15
8	8	0	1.44	-0.85
9	8	0	12.80	-12.37
10	8	0	1.03	-0.63
11	8	0	5.47	-5.62
12	8	0	5.02	-5.01
1	9	0	11.50	-11.01
2	9	0	2.36	-2.21
3	9	0	10.16	-9.79
4	9	0	9.53	-8.83
5	9	0	4.68	-4.46
6	9	0	10.57	-10.13
7	9	0	1.09	0.60
8	9	0	5.93	-6.15
9	9	0	4.80	5.07
10	9	0	6.97	-6.95
0	10	0	11.96	-11.90
1	10	0	1.52	-1.63

H	K	L	FO	FC
12	2	3	9.93	-10.12
1	3	3	3.31	3.04
2	3	3	8.57	-8.15
3	3	3	6.73	6.42
4	3	3	13.47	-12.79
5	3	3	1.46	0.80
6	3	3	16.03	-15.07
7	3	3	2.02	-2.22
8	3	3	13.24	-13.44
9	3	3	1.41	1.13
10	3	3	8.43	-9.10
11	3	3	2.69	-3.19
12	3	3	3.05	-3.53
0	4	3	8.04	-8.10
1	4	3	2.33	-1.78
2	4	3	10.15	-10.14
3	4	3	7.37	-7.22
4	4	3	7.34	-7.10
5	4	3	12.34	-12.11
6	4	3	1.89	-1.54
7	4	3	10.99	-10.90
8	4	3	1.44	1.29
9	4	3	8.13	-8.06
10	4	3	3.97	4.46
11	4	3	6.39	-6.93
1	5	3	15.16	-15.04
2	5	3	0.30	-0.38
3	5	3	8.86	-9.05
4	5	3	3.24	2.93
5	5	3	5.32	-6.07
6	5	3	1.52	1.29
7	5	3	1.09	0.24
8	5	3	1.06	0.78
9	5	3	6.46	7.06
0	6	3	5.31	-5.59
1	6	3	4.58	4.60
2	6	3	5.36	-5.48
3	6	3	7.68	8.07
4	6	3	3.30	-3.96
5	6	3	8.17	8.56
6	6	3	1.41	-0.69
7	6	3	11.02	12.11
1	7	3	4.99	5.39
2	7	3	3.40	3.32
3	7	3	3.27	3.37
4	7	3	9.03	9.85
0	0	4	17.37	17.34
2	0	4	10.70	10.45
4	0	4	5.85	6.15
1	1	4	5.66	5.96

H	K	L	FO	FC
4	7	2	6.01	6.13
5	7	2	6.72	-6.93
6	7	2	5.84	5.94
7	7	2	1.22	-0.54
8	7	2	6.06	6.20
9	7	2	6.19	6.77
10	7	2	5.84	5.93
11	7	2	8.58	8.57
0	8	2	1.68	-0.95
1	8	2	4.81	4.75
2	8	2	2.54	-2.51
3	8	2	8.98	9.35
4	8	2	1.68	-2.14
5	8	2	11.24	11.46
6	8	2	1.41	0.72
7	8	2	12.85	13.32
8	8	2	1.17	0.75
1	9	2	8.62	8.92
2	9	2	1.58	1.92
3	9	2	7.60	7.90
4	9	2	7.39	7.37
1	0	3	3.29	3.06
3	0	3	12.53	10.84
7	0	3	15.86	14.24
9	0	3	13.44	12.94
11	0	3	9.20	9.22
13	0	3	1.20	-0.57
1	1	3	15.18	17.51
2	1	3	6.59	6.17
3	1	3	11.30	10.06
4	1	3	4.64	4.19
5	1	3	5.11	4.50
6	1	3	9.75	8.85
7	1	3	1.75	-1.99
8	1	3	11.46	10.99
9	1	3	5.93	-6.07
10	1	3	4.84	4.84
11	1	3	10.20	-10.42
12	1	3	2.03	2.24
1	2	3	3.10	-2.76
2	2	3	15.52	13.63
3	2	3	4.44	-4.19
4	2	3	8.84	8.22
5	2	3	2.92	-2.74
6	2	3	5.59	5.02
7	2	3	6.37	-6.89
8	2	3	5.41	-5.48
9	2	3	4.89	-4.69
10	2	3	10.78	-10.97
11	2	3	0.83	-0.83

H	K	L	FO	FC
10	3	2	1.66	0.85
11	3	2	14.52	-13.67
12	3	2	1.70	1.11
13	3	2	14.61	-14.71
14	3	2	1.75	0.93
15	3	2	11.15	-11.83
0	4	2	18.45	18.33
1	4	2	5.40	-5.52
2	4	2	12.83	13.02
3	4	2	9.54	-9.94
4	4	2	7.75	8.18
5	4	2	7.28	-7.69
6	4	2	3.34	4.16
7	4	2	16.27	-14.87
8	4	2	5.42	-5.25
9	4	2	10.79	-10.22
10	4	2	9.75	-9.62
11	4	2	2.29	-2.63
12	4	2	12.19	-12.22
13	4	2	1.87	-1.25
14	4	2	11.12	-11.50
1	5	2	2.22	-2.24
2	5	2	7.40	-7.90
3	5	2	2.49	2.44
4	5	2	18.35	-17.45
5	5	2	2.55	-1.90
6	5	2	19.74	-18.28
7	5	2	2.42	-2.13
8	5	2	13.66	-13.10
9	5	2	4.04	3.86
10	5	2	10.83	-11.09
11	5	2	1.48	1.31
12	5	2	3.32	-4.21
13	5	2	1.25	0.05
0	6	2	13.10	-12.58
1	6	2	2.00	-1.72
2	6	2	15.42	-14.62
3	6	2	5.93	-5.44
4	6	2	10.30	-10.03
5	6	2	9.28	-8.43
6	6	2	1.17	-0.45
7	6	2	10.20	-9.84
8	6	2	3.44	3.33
9	6	2	5.89	-6.05
10	6	2	7.21	7.19
11	6	2	4.94	-4.86
12	6	2	12.08	12.96
1	7	2	15.18	-14.80
2	7	2	2.44	2.03
3	7	2	8.97	-8.45

H	K	L	FO	FC
5	10	1	10.30	10.44
4	0	2	13.05	-12.43
6	0	2	8.30	-8.04
8	0	2	8.20	8.41
10	0	2	17.31	16.56
12	0	2	13.84	12.81
14	0	2	15.54	15.33
16	0	2	12.05	12.73
1	1	2	12.45	-11.62
2	1	2	11.31	11.15
3	1	2	12.26	-12.30
4	1	2	12.54	12.61
5	1	2	3.76	-4.01
6	1	2	17.39	17.72
7	1	2	2.42	3.08
8	1	2	17.79	19.06
9	1	2	3.11	3.08
10	1	2	11.32	10.51
11	1	2	10.75	9.97
12	1	2	4.16	3.97
13	1	2	11.79	11.53
14	1	2	1.52	0.32
15	1	2	4.21	4.68
16	1	2	6.37	-6.48
0	2	2	5.86	5.75
1	2	2	3.03	3.22
2	2	2	8.30	8.56
3	2	2	13.43	13.05
4	2	2	5.98	5.89
5	2	2	23.51	23.54
6	2	2	3.56	3.65
7	2	2	17.16	17.44
8	2	2	1.03	-0.46
9	2	2	17.05	15.78
10	2	2	2.39	-2.73
11	2	2	12.14	11.26
12	2	2	7.83	-7.21
13	2	2	1.43	-0.35
14	2	2	4.36	-4.90
15	2	2	5.15	-5.28
16	2	2	3.43	-3.49
1	3	2	22.38	22.28
2	3	2	3.63	3.76
3	3	2	12.34	12.83
4	3	2	1.35	-0.88
5	3	2	7.04	7.54
6	3	2	4.49	4.66
7	3	2	2.02	-1.85
8	3	2	7.82	7.05
9	3	2	10.90	-10.38

5.4. Strukturfaktoren von $K_2Hg_3(NCO)_8$

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
0	5	1	17.63	20.84	0	2	1	10.12	7.21
0	6	2	4.55	4.20	0	0	2	23.38	-12.29
0	6	1	5.35	-4.38	0	0	3	12.52	10.79
0	6	4	7.29	7.43	0	0	4	13.47	13.99
0	6	-3	8.64	9.70	0	1	0	10.64	21.51
0	6	-2	10.70	10.22	0	1	1	5.01	-4.57
0	6	-1	3.01	-3.59	0	1	2	3.23	6.60
0	7	0	7.23	8.00	0	1	3	20.88	17.83
0	7	1	13.93	16.66	0	1	4	3.89	3.75
0	7	2	0.56	0.56	0	1	5	2.32	-3.11
0	7	3	1.00	-0.91	0	1	-4	12.84	14.02
0	7	4	8.00	8.87	0	1	-3	4.34	3.97
0	7	-3	11.75	12.33	0	1	-2	8.85	-7.12
0	7	-2	6.53	6.87	0	1	-1	26.01	23.14
0	7	-1	5.21	-6.51	0	2	0	6.53	11.13
0	8	0	17.21	17.34	0	2	1	6.03	-4.63
0	8	1	6.35	7.42	0	2	2	13.49	10.94
0	8	2	6.86	-6.81	0	2	3	13.12	15.93
0	8	3	4.35	4.32	0	2	4	0.61	0.23
0	8	4	9.73	11.16	0	2	-4	9.62	9.72
0	8	-3	7.15	7.15	0	2	-3	3.86	-3.46
0	8	-2	2.80	-2.75	0	2	-2	2.50	1.66
0	8	-1	1.44	1.52	0	2	-1	25.81	21.76
0	9	0	14.14	14.05	0	3	0	2.84	-4.17
0	9	1	0.94	1.39	0	3	1	5.76	-5.4[illegible]
0	9	2	0.97	-0.84	0	3	2	23.97	22.12
0	9	3	8.79	8.30	0	3	3	14.[illegible]	12.30
0	9	4	4.44	4.36	0	3	4	3.[illegible]	-4.37
0	9	-3	4.32	4.64	0	3	-4	3.8[illegible]	3.72
0	9	-2	3.20	-4.29	0	3	-3	2.2[illegible]	-2.85
0	9	-1	4.59	4.82	0	3	-2	14.43	11.08
0	10	0	9.37	8.31	0	3	-1	25.50	23.56
0	10	1	2.93	-2.73	0	4	0	6.[illegible]	-3.53
0	10	2	2.45	2.58	0	4	1	9.1[illegible]	8.65
0	10	3	8.40	8.82	0	4	2	22.71	19.23
0	10	-2	1.98	-1.76	0	4	3	2.56	1.90
0	10	-1	9.75	9.94	0	4	4	1.6[illegible]	-1.60
0	11	0	2.91	1.06	0	4	-3	3.[illegible]	-3.32
0	11	1	3.25	-2.81	0	4	-2	21.[illegible]	18.70
0	11	2	6.70	7.47	0	4	-1	17.6[illegible]	16.36
0	11	3	7.33	8.32	0	5	0	7.62	-9.78
0	11	-1	9.28	8.56	0	5	1	16.86	18.14
0	12	2	6.51	7.17	0	5	2	21.04	18.49
0	12	-1	8.82	7.80	0	5	3	2.28	-2.22
0	13	0	3.06	-2.41	0	5	4	0.61	0.24
0	13	1	5.51	4.42	0	5	-4	3.64	-3.82
1	0	0	5.31	-4.91	0	5	-3	6.50	6.37
1	0	1	1.52	-2.46	0	5	-2	21.95	19.97
1	0	2	24.26	13.34	0	5	-1	0.75	0.31
1	0	3	10.77	9.14	0	5	0	3.83	4.85

H	K	L	FO	FC
2	1	4	5.30	-5.92
3	1	4	6.28	6.40
4	1	4	6.04	-6.33
5	1	4	2.12	1.95
0	2	4	3.11	-1.50
1	2	4	1.46	-1.83
2	2	4	4.16	-4.22
3	2	4	6.74	-6.88
4	2	4	2.89	-2.99
1	3	4	10.05	-11.01

R-WERT (UNGEWICHTET) 0.0523
R-WERT (GEWICHTET) 0.0642
MITTLERE STANDARDABWEICHUNG 1.5566

ENDE DER RECHNUNG

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
1	-5	4	7.48	8.68	1	13	1	6.20	5.08	1	5	-4	8.02	8.70	1	0	4	2.55	-2.22
1	-5	-4	4.15	3.50	1	-13	0	7.02	5.43	1	5	-3	11.28	10.88	1	0	5	3.28	3.76
1	-5	-3	19.27	17.79	1	-12	0	12.04	9.52	1	5	-2	5.51	-4.77	1	0	-4	1.52	1.66
1	-5	-2	6.95	6.22	1	-12	1	1.87	1.70	1	5	-1	0.50	0.46	1	0	-3	6.07	-5.04
1	-5	-1	8.95	-9.18	1	-12	-2	2.54	-2.88	1	6	0	17.49	21.18	1	0	-2	22.90	17.85
1	-4	0	18.85	28.81	1	-12	-1	4.18	3.57	1	6	1	3.60	-4.03	1	0	-1	33.11	25.99
1	-4	1	8.82	8.52	1	-11	0	9.43	7.79	1	6	2	2.94	-3.25	1	1	0	8.95	-9.79
1	-4	2	11.78	-10.16	1	-11	1	1.85	-1.71	1	6	3	16.35	14.79	1	1	1	13.40	14.18
1	-4	3	5.60	5.59	1	-11	-2	2.11	-1.94	1	6	4	7.71	8.12	1	1	2	35.01	27.64
1	-4	4	11.63	12.29	1	-11	-1	8.44	7.48	1	6	-4	6.13	7.28	1	1	3	1.85	0.48
1	-4	-4	3.24	7.00	1	-10	0	6.64	5.43	1	6	-3	3.77	2.52	1	1	4	6.40	-5.67
1	-4	-3	13.09	11.82	1	-10	1	5.54	-4.93	1	6	-2	4.71	-4.38	1	1	5	6.31	7.43
1	-4	-2	3.02	-2.46	1	-10	2	3.53	3.77	1	6	-1	13.10	13.36	1	1	-4	1.00	-1.44
1	-4	-1	5.04	5.02	1	-10	3	6.21	6.99	1	7	0	8.12	9.11	1	1	-3	4.89	3.80
1	-3	0	14.41	24.35	1	-10	-3	3.70	-3.85	1	7	1	2.25	-2.45	1	1	-2	25.75	20.72
1	-3	1	8.50	7.48	1	-10	-2	0.61	0.70	1	7	2	5.60	6.54	1	1	-1	17.31	9.06
1	-3	2	1.39	-1.02	1	-10	-1	13.77	14.35	1	7	3	12.82	12.46	1	2	0	4.08	-5.85
1	-3	3	11.17	10.30	1	-9	0	1.52	-1.31	1	7	-4	6.28	7.15	1	2	1	22.43	18.41
1	-3	4	6.93	6.72	1	-9	1	2.35	1.33	1	7	-3	1.15	-0.94	1	2	2	20.43	16.01
1	-3	-4	12.22	13.26	1	-9	2	10.31	9.84	1	7	-2	1.05	-0.59	1	2	3	3.45	-3.26
1	-3	-3	10.75	9.47	1	-9	3	4.15	4.06	1	7	-1	12.15	12.30	1	2	4	3.37	4.07
1	-3	-2	7.91	-6.96	1	-9	-2	6.41	7.79	1	8	0	2.78	2.85	1	2	5	7.52	9.19
1	-3	-1	3.35	7.99	1	-9	-1	8.93	9.71	1	8	1	4.37	-4.97	1	2	-4	4.97	-4.60
1	-2	0	10.66	18.77	1	-8	0	2.51	-2.11	1	8	2	8.90	9.79	1	2	-3	4.49	5.08
1	-2	1	7.25	-6.39	1	-8	1	3.93	4.20	1	8	3	10.93	10.53	1	2	-2	24.10	20.72
1	-2	2	3.65	3.06	1	-8	2	11.09	10.79	1	8	4	1.30	-0.98	1	2	-1	10.72	7.37
1	-2	3	18.91	17.48	1	-8	3	2.11	1.86	1	8	-3	2.93	-3.15	1	3	0	5.61	8.05
1	-2	4	5.07	4.85	1	-8	-3	0.57	-0.46	1	8	-2	3.07	4.43	1	3	1	32.19	29.81
1	-2	-4	11.22	10.91	1	-8	-2	12.18	12.01	1	8	-1	14.44	14.79	1	3	2	5.70	4.87
1	-2	-3	2.94	-2.84	1	-8	-1	8.73	9.40	1	9	0	2.67	-2.54	1	3	3	6.54	-5.45
1	-2	-2	1.92	-1.39	1	-7	0	5.04	-5.36	1	9	1	3.51	3.97	1	3	4	8.14	8.73
1	-2	-1	29.04	24.33	1	-7	1	11.54	12.52	1	9	2	11.44	13.67	1	3	5	7.02	8.59
1	-1	0	3.41	5.45	1	-7	2	12.56	12.54	1	9	3	1.90	2.33	1	3	-4	0.61	0.48
1	-1	1	9.34	-7.19	1	-7	3	2.03	-0.91	1	9	4	2.94	-3.31	1	3	-3	17.46	16.27
1	-1	2	20.48	16.37	1	-7	-4	2.25	-2.60	1	9	-2	7.52	7.33	1	3	-2	12.57	10.68
1	-1	3	16.41	14.11	1	-7	-3	6.20	6.75	1	9	-1	7.28	7.87	1	3	-1	15.98	-13.52
1	-1	4	2.55	-2.29	1	-7	-2	15.71	16.14	1	10	0	6.30	-5.54	1	4	0	12.37	16.97
1	-1	5	1.25	0.25	1	-7	-1	0.90	0.77	1	10	1	5.36	6.58	1	4	1	14.33	14.68
1	-1	-5	6.59	8.36	1	-6	0	3.65	4.08	1	10	2	10.56	11.52	1	4	2	5.46	-4.78
1	-1	-4	9.24	9.10	1	-6	1	15.50	17.29	1	10	-2	10.92	11.28	1	4	3	2.30	2.29
1	-1	-3	4.20	-3.46	1	-6	2	4.43	4.14	1	10	-1	4.33	3.60	1	4	4	13.23	13.92
1	-1	-2	6.16	5.15	1	-6	4	5.62	6.08	1	11	0	0.75	-0.14	1	4	-4	3.09	3.75
1	-1	-1	32.73	26.40	1	-6	-4	2.08	-2.33	1	11	1	11.49	11.71	1	4	-3	14.47	13.88
2	0	0	12.23	11.73	1	-6	-3	11.92	11.32	1	11	2	4.93	5.58	1	4	-2	3.98	3.41
2	0	1	34.42	27.63	1	-6	-2	12.81	12.68	1	11	3	3.11	-3.78	1	4	-1	2.12	-1.74
2	0	2	1.46	1.54	1	-6	-1	4.10	-4.79	1	11	-2	6.16	6.21	1	5	0	19.81	25.30
2	0	3	0.71	-0.61	1	-5	0	8.36	11.15	1	12	0	4.35	3.82	1	5	1	11.11	11.42
2	0	4	10.91	10.47	1	-5	1	19.93	20.95	1	12	1	8.82	7.84	1	5	2	8.51	-7.71
2	0	-4	0.61	-0.17	1	-5	2	0.75	-0.39	1	12	-1	1.92	-2.05	1	5	3	7.52	6.68
2	0	-3	24.28	22.13	1	-5	3	3.17	-2.20	1	13	0	8.09	6.11	1	5	4	9.96	10.59

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
2	-4	0	3.83	-3.87	2	-11	-2	3.13	8.72	2	6	1	6.38	7.70	2	0	-2	13.65	10.05
2	-4	1	8.19	-7.90	2	-11	-1	4.19	3.94	2	6	2	20.61	19.83	2	0	-1	23.98	-17.57
2	-4	2	17.95	16.19	2	-11	0	1.56	-1.83	2	6	3	3.67	2.85	2	1	0	31.23	26.86
2	-4	3	12.92	11.84	2	-10	1	3.53	9.07	2	6	4	3.51	-3.[illegible]	2	1	1	17.55	12.82
2	-4	-4	4.12	4.38	2	-10	2	5.62	5.88	2	6	-1	0.94	0.38	2	1	2	11.46	-8.87
2	-4	-3	6.28	-6.07	2	-10	3	1.56	-1.79	2	6	-2	17.[illegible]	15.27	2	1	3	5.13	5.31
2	-4	-2	13.95	12.68	2	-10	-3	4.19	4.37	2	6	-1	8.73	9.44	2	1	4	13.56	13.21
2	-4	-1	25.42	27.27	2	-10	-2	9.83	10.89	2	7	0	1.66	-1.08	2	1	5	2.54	1.97
2	-3	0	1.66	1.73	2	-10	-1	1.09	0.28	2	7	1	12.08	14.77	2	1	-4	6.69	7.71
2	-3	1	8.94	8.48	2	-9	0	4.21	3.77	2	7	2	12.16	11.61	2	1	-3	15.91	14.25
2	-3	2	18.62	16.48	2	-9	1	15.58	15.47	2	7	3	4.36	-4.47	2	1	-2	1.68	-1.50
2	-3	3	2.37	2.48	2	-9	2	2.05	2.06	2	7	-3	3.34	3.51	2	1	-1	1.87	1.37
2	-3	4	2.99	-3.[illegible]	2	-9	3	3.61	-4.21	2	7	-2	11.93	11.47	2	2	0	22.02	26.19
2	-3	-4	0.66	1.42	2	-9	-3	10.25	10.91	2	7	-1	1.71	1.88	2	2	1	1.25	-0.46
2	-3	-3	2.97	-2.34	2	-9	-2	6.80	7.05	2	8	0	1.17	1.39	2	2	2	5.80	-4.90
2	-3	-2	17.66	14.59	2	-9	-1	6.32	-6.59	2	8	1	12.09	15.64	2	2	3	10.66	14.28
2	-3	-1	15.94	14.95	2	-8	0	10.00	10.51	2	8	2	5.21	5.31	2	2	4	11.07	10.96
2	-2	0	6.29	-9.75	2	-8	1	7.95	8.50	2	8	3	1.85	-1.72	2	2	5	1.70	-2.23
2	-2	1	14.73	13.30	2	-8	2	2.65	-2.70	2	8	4	5.19	5.45	2	2	-4	8.15	9.02
2	-2	2	24.57	20.21	2	-8	3	2.67	2.92	2	8	-3	8.93	9.60	2	2	-3	10.08	8.64
2	-2	3	1.17	-0.77	2	-8	-3	12.33	12.22	2	8	-2	9.14	9.15	2	2	-2	2.98	-3.14
2	-2	4	0.66	-0.83	2	-8	-2	4.49	3.53	2	8	-1	5.57	-5.57	2	2	-1	15.21	12.18
2	-2	-4	4.05	-4.04	2	-8	-1	2.14	-2.27	2	9	0	13.11	9.91	2	3	0	19.62	25.38
2	-2	-3	2.51	2.41	2	-7	0	17.52	19.41	2	9	1	9.02	10.23	2	3	1	0.43	0.50
2	-2	-2	25.40	22.82	2	-7	1	5.17	5.55	2	9	2	1.[illegible]	-1.82	2	3	2	0.71	-0.32
2	-2	-1	13.54	12.30	2	-7	2	4.12	-4.16	2	9	-3	7.47	8.44	2	3	3	19.43	13.12
2	-1	0	2.82	3.34	2	-7	3	4.80	5.23	2	9	-2	1.32	1.06	2	3	4	5.79	6.31
2	-1	1	43.41	39.83	2	-7	4	7.04	6.92	2	9	-1	3.03	-3.12	2	3	-4	11.32	12.95
2	-1	2	11.36	9.35	2	-7	-4	9.37	9.79	2	10	0	10.41	9.55	2	3	-3	0.61	0.53
2	-1	3	10.43	-9.35	2	-7	-3	9.04	9.69	2	10	1	4.47	4.33	2	3	-2	9.71	-8.19
2	-1	4	5.46	5.51	2	-7	-2	5.65	-5.70	2	10	2	2.14	-2.42	2	3	-1	21.41	17.41
2	-1	-4	2.45	-1.01	2	-7	-1	2.93	3.09	2	10	3	4.14	4.70	2	4	0	3.20	4.37
2	-1	-3	15.30	13.92	2	-6	0	14.[illegible]	17.31	2	10	-1	1.20	1.51	2	4	1	10.55	-10.21
2	-1	-2	20.73	16.92	2	-6	1	2.43	-2.61	2	11	0	13.83	12.07	2	4	2	16.38	13.54
2	-1	-1	22.73	-16.39	2	-6	2	1.10	-1.05	2	11	1	0.71	0.46	2	4	3	13.55	16.66
3	0	0	16.09	15.34	2	-6	3	11.87	11.82	2	11	2	3.35	-3.74	2	4	4	0.79	-0.97
3	0	1	8.17	-5.85	2	-6	4	4.31	5.39	2	11	3	5.86	6.35	2	4	-4	5.11	6.88
3	0	2	9.11	7.[illegible]	2	-6	-4	8.[illegible]	9.85	2	11	-2	3.69	-3.50	2	4	-3	4.31	-3.56
3	0	3	21.40	17.[illegible]	2	-6	-3	3.72	3.84	2	11	-1	5.12	4.82	2	4	-2	5.15	4.53
3	0	4	2.17	2.07	2	-6	-2	3.20	-3.35	2	12	0	5.52	4.52	2	4	-1	25.42	23.76
3	0	-4	9.61	9.86	2	-6	-1	11.[illegible]	12.91	2	12	2	3.11	3.10	2	5	0	2.12	-1.53
3	0	-3	1.73	1.57	2	-5	0	10.43	13.94	2	12	-1	6.51	5.86	2	5	1	3.61	-0.55
3	0	-2	0.83	0.17	2	-5	1	8.41	-9.09	2	13	0	2.34	2.03	2	5	2	15.65	15.92
3	0	-1	23.47	17.75	2	-5	2	7.42	6.80	2	-13	0	2.62	2.33	2	5	3	7.42	7.32
3	1	0	16.76	11.43	2	-5	3	13.83	12.91	2	-13	-1	9.12	6.64	2	5	4	2.44	-2.69
3	1	1	22.75	-17.53	2	-5	4	0.65	0.29	2	-12	-2	6.87	6.71	2	5	-3	4.82	-4.89
3	1	2	15.27	11.04	2	-5	-4	10.88	11.74	2	-12	-1	8.96	7.71	2	5	-2	9.39	8.87
3	1	3	20.27	16.89	2	-5	-3	2.62	-2.09	2	-11	0	3.49	-3.02	2	5	-1	19.91	19.19
3	1	4	0.61	-0.29	2	-5	-2	4.21	-3.45	2	-11	1	6.08	5.13	2	6	0	7.23	-8.44
3	1	-4	6.86	7.64	2	-5	-1	20.99	22.35	2	-11	2	7.53	7.69	2	6	0	7.00	-8.44

H	K	L	FO	FC
3	-2	0	15.70	24.62
3	-2	1	10.95	10.10
3	-2	2	5.87	-5.33
3	-2	3	8.87	7.66
3	-2	4	9.98	10.11
3	-2	-4	8.71	9.24
3	-2	-3	17.15	15.37
3	-2	-2	2.90	-2.49
3	-2	-1	1.15	-0.85
3	-1	0	21.18	29.52
3	-1	1	1.15	-0.32
3	-1	2	6.83	-5.35
3	-1	3	15.01	12.55
3	-1	4	10.17	9.38
3	-1	-4	11.34	11.86
3	-1	-3	4.34	3.92
3	-1	-2	9.32	-7.79
3	-1	-1	23.16	18.32
4	0	0	4.46	-4.30
4	0	1	27.09	22.96
4	0	2	19.20	15.07
4	0	3	6.61	-5.58
4	0	4	8.83	0.96
4	0	-4	2.88	-3.37
4	0	-3	5.71	9.19
4	0	-2	23.37	19.07
4	0	-1	2.88	1.93
4	1	0	11.29	8.04
4	1	1	28.54	22.59
4	1	2	7.80	5.32
4	1	3	3.09	-3.54
4	1	4	7.11	7.04
4	1	-3	11.21	10.74
4	1	-2	16.23	13.01
4	1	-1	4.83	-4.34
4	2	0	16.10	12.07
4	2	1	31.39	25.05
4	2	2	1.90	1.74
4	2	3	5.66	-4.44
4	2	4	9.61	8.88
4	2	-4	3.82	4.22
4	2	-3	19.93	15.27
4	2	-2	3.60	3.30
4	2	-1	12.22	-9.44
4	3	0	16.39	15.92
4	3	1	12.63	10.32
4	3	1	12.36	10.32
4	3	3	7.50	6.56
4	3	4	11.69	11.09
4	3	-4	4.75	4.84

H	K	L	FO	FC
3	-3	-2	1.20	-1.18
3	-3	-1	9.77	9.93
3	-3	0	4.14	4.11
3	-3	1	3.90	-3.89
3	-3	2	6.02	6.13
3	-3	3	9.82	9.14
3	-3	-4	4.89	5.50
3	-3	-3	1.09	-1.04
3	-3	-2	3.36	3.55
3	-3	-1	12.28	13.21
3	-7	0	2.67	2.91
3	-7	1	1.73	-1.91
3	-7	2	8.32	8.16
3	-7	3	5.66	5.81
3	-7	-4	3.18	3.34
3	-7	-3	4.74	-4.41
3	-7	-2	7.18	7.26
3	-7	-1	14.45	15.10
3	-6	0	8.00	-9.32
3	-6	1	6.47	7.53
3	-6	2	17.44	17.37
3	-6	3	1.06	0.35
3	-6	-4	1.32	-1.46
3	-6	-3	1.48	1.36
3	-6	-2	18.58	17.38
3	-6	-1	8.66	8.36
3	-5	0	1.09	-0.92
3	-5	1	15.83	18.47
3	-5	2	10.69	10.07
3	-5	3	4.37	-4.49
3	-5	4	1.54	1.68
3	-5	-3	6.08	5.61
3	-5	-2	17.50	15.75
3	-5	-1	0.43	0.47
3	-4	0	1.75	2.02
3	-4	1	19.33	22.55
3	-4	2	9.31	8.56
3	-4	3	3.51	-3.40
3	-4	4	4.53	4.57
3	-4	-3	16.09	15.01
3	-4	-2	13.77	12.43
3	-4	-1	8.71	-8.37
3	-3	0	7.96	11.54
3	-3	1	18.32	19.08
3	-3	2	3.23	-2.89
3	-3	4	11.47	11.80
3	-3	-4	3.49	3.52
3	-3	-3	14.59	13.55
3	-3	-2	7.27	6.60
3	-3	-1	4.38	-3.63

H	K	L	FO	FC
3	7	-2	2.67	-2.33
3	7	-1	4.91	4.56
3	8	0	11.81	12.48
3	8	1	1.03	0.80
3	8	2	0.83	1.11
3	8	3	9.61	9.45
3	8	4	4.05	3.30
3	8	-3	3.58	4.05
3	8	-2	3.34	-3.48
3	8	-1	6.19	6.29
3	9	0	6.34	6.56
3	9	1	5.21	-5.75
3	9	2	3.99	4.05
3	9	3	11.54	11.73
3	9	-2	0.61	0.42
3	9	-1	12.79	12.91
3	10	0	1.00	-0.76
3	10	1	3.01	-2.99
3	10	2	9.29	10.39
3	10	3	6.33	6.59
3	10	-2	3.44	3.80
3	10	-1	10.59	10.54
3	11	0	3.61	-3.45
3	11	1	2.75	2.57
3	11	2	8.08	9.18
3	11	-2	6.81	7.23
3	11	-1	6.58	6.19
3	12	0	1.80	-1.62
3	12	1	7.40	7.20
3	12	2	6.28	6.84
3	-13	0	1.70	1.92
3	-12	0	4.18	2.91
3	-12	1	8.54	6.91
3	-12	-2	3.45	3.51
3	-12	-1	3.42	-2.57
3	-11	0	12.34	10.20
3	-11	1	6.41	5.19
3	-11	2	2.81	-3.07
3	-11	-1	0.66	-0.25
3	-10	0	11.56	10.05
3	-10	1	1.56	1.53
3	-10	2	1.54	-1.14
3	-10	3	5.49	5.23
3	-10	-3	5.33	5.75
3	-10	-2	1.89	-2.03
3	-10	-1	3.85	3.78
3	-9	0	10.69	9.35
3	-9	1	2.83	-2.15
3	-9	2	0.94	1.07
3	-9	3	7.20	7.52

H	K	L	FO	FC
3	1	-3	7.43	-6.86
3	1	-2	2.83	2.27
3	1	-1	30.95	32.32
3	2	0	7.78	-7.93
3	2	1	6.05	3.98
3	2	2	28.78	22.54
3	2	3	6.11	5.31
3	2	4	6.14	-5.78
3	2	-3	1.83	-2.35
3	2	-2	18.24	15.01
3	2	-1	21.41	17.26
3	3	0	4.58	-4.98
3	3	1	14.35	12.24
3	3	2	22.38	17.30
3	3	3	1.75	-1.82
3	3	4	0.65	-0.64
3	3	-4	2.33	-3.54
3	3	-3	1.41	1.42
3	3	-2	22.57	19.01
3	3	-1	12.61	10.15
3	4	0	3.63	-3.99
3	4	1	23.80	24.25
3	4	2	17.93	14.22
3	4	3	5.62	-5.14
3	4	4	2.06	2.06
3	4	-3	10.18	9.46
3	4	-2	18.48	16.00
3	4	-1	5.33	-4.55
3	5	0	7.42	8.99
3	5	1	18.37	21.02
3	5	2	1.00	0.58
3	5	3	3.33	-2.95
3	5	4	10.59	10.14
3	5	-3	10.85	10.51
3	5	-2	9.27	7.98
3	5	-1	7.50	-6.82
3	6	0	11.85	13.52
3	6	1	13.20	15.61
3	6	2	3.96	-3.61
3	6	3	1.06	1.13
3	5	4	10.48	10.70
3	5	-3	12.39	12.13
3	6	-2	1.00	0.86
3	6	-1	5.23	-5.78
3	7	0	15.94	18.13
3	7	1	2.25	2.75
3	7	2	7.10	-6.76
3	7	3	9.14	8.64
3	7	4	9.95	10.34
3	7	-3	5.68	6.18

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
5	0	4	12.60	12.43	4	-6	-2	1.03	-0.63	4	10	1	12.97	13.01	4	3	-3	12.29	12.[illegible]9
5	0	-4	7.72	8.50	4	-5	0	17.54	22.49	4	11	3	4.[illegible]	-3.84	4	3	-2	1.73	1.81
5	0	-3	11.24	10.51	4	-6	-1	5.70	-5.49	4	10	-2	3.63	3.35	4	3	-1	1.15	-0.45
5	0	-2	7.41	-6.92	4	-5	1	0.50	0.76	4	10	-1	3.91	-3.[illegible]	4	4	0	22.02	25.15
5	0	-1	1.71	2.09	4	-5	2	6.28	-6.11	4	11	0	5.06	4.99	4	4	1	2.59	2.42
5	1	0	27.94	22.43	4	-5	3	9.30	8.37	4	11	1	7.98	7.04	4	4	2	5.85	-5.00
5	1	1	0.65	0.13	4	-5	4	8.72	8.79	4	11	-1	2.80	-2.87	4	4	3	11.08	9.68
5	1	2	1.70	-1.31	4	-5	-4	8.07	8.87	4	12	0	8.25	7.53	4	4	4	8.84	8.58
5	1	3	17.24	13.34	4	-5	-3	8.18	8.35	4	12	1	4.44	3.45	4	4	-4	9.03	10.28
5	1	4	6.39	5.39	4	-5	-2	5.75	-5.42	4	12	2	2.17	-2.70	4	4	-3	6.86	6.32
5	1	-4	9.40	11.12	4	-5	-1	8.49	8.39	4	-13	0	9.12	6.08	4	4	-2	9.29	-8.21
5	1	-3	8.15	7.51	4	-4	0	14.00	18.87	4	-12	0	5.82	4.24	4	4	-1	9.50	8.39
5	1	-2	6.80	-6.15	4	-4	1	1.30	1.21	4	-12	1	2.17	-1.54	4	5	0	9.55	11.79
5	1	-1	11.54	8.98	4	-4	2	0.55	0.32	4	-12	-1	8.25	6.70	4	5	1	5.54	-6.14
5	2	0	18.45	13.85	4	-4	3	11.32	10.70	4	-11	0	1.44	1.47	4	5	2	4.47	3.79
5	2	1	10.67	-7.71	4	-4	4	4.13	4.48	4	-11	1	3.40	-3.21	4	5	3	17.56	15.96
5	2	2	8.36	6.72	4	-4	-4	11.13	12.71	4	-11	2	4.85	4.45	4	5	4	4.35	4.48
5	2	3	19.12	15.57	4	-4	-3	4.20	3.48	4	-11	-2	3.29	3.43	4	5	-4	5.94	7.85
5	2	4	1.17	0.86	4	-4	-2	6.10	-5.85	4	-11	-1	11.34	10.59	4	5	-3	0.61	-0.32
5	2	-4	7.79	8.95	4	-4	-1	11.33	10.53	4	-10	0	4.29	-3.52	4	5	-2	0.83	-0.95
5	2	-3	2.93	-3.53	4	-3	0	6.81	9.13	4	-10	1	1.89	1.85	4	5	-1	18.07	16.11
5	2	-2	2.64	-2.05	4	-3	1	8.23	-9.05	4	-10	2	3.31	3.57	4	6	0	5.27	5.82
5	2	-1	25.71	13.77	4	-3	2	9.62	8.52	4	-10	-2	7.77	8.10	4	6	1	4.47	-5.53
5	3	0	3.19	-3.92	4	-3	3	16.93	15.03	4	-10	-1	7.97	7.67	4	6	2	10.23	9.82
5	3	1	7.62	-5.49	4	-3	-4	8.06	8.97	4	-9	0	5.04	-4.41	4	6	3	13.20	12.00
5	3	2	20.40	16.45	4	-3	-3	2.83	-2.53	4	-9	1	5.94	5.65	4	6	4	1.54	-1.24
5	3	3	14.31	12.26	4	-3	-2	1.68	1.71	4	-9	2	7.98	8.52	4	6	-3	2.80	-2.70
5	3	-4	3.65	3.89	4	-3	-1	23.65	22.07	4	-9	-2	12.65	13.01	4	6	-2	1.50	1.27
5	3	-3	3.52	-4.00	4	-2	0	1.15	-1.48	4	-9	-1	5.49	5.87	4	6	-1	16.49	15.32
5	3	-2	7.52	9.15	4	-2	1	1.05	-1.10	4	-8	0	1.41	1.49	4	7	0	3.79	-4.28
5	3	-1	23.47	19.10	4	-2	2	18.40	16.02	4	-8	1	12.81	12.91	4	7	1	1.87	-2.63
5	4	0	3.37	-3.04	4	-2	3	9.94	8.54	4	-8	2	5.45	5.20	4	7	2	14.25	13.93
5	4	1	1.52	1.07	4	-2	4	2.94	-3.64	4	-8	3	3.08	-3.08	4	7	3	7.80	7.54
5	4	2	16.17	13.04	4	-2	-4	5.77	6.12	4	-8	-3	7.68	7.85	4	7	4	2.44	-2.47
5	4	3	5.17	4.32	4	-2	-3	4.44	-4.21	4	-8	-2	9.65	9.73	4	7	-2	10.17	9.79
5	4	-3	3.50	-3.58	4	-2	-2	10.[illegible]9	9.47	4	-8	-1	2.90	-2.80	4	7	-1	13.86	13.74
5	4	-2	1[illegible].48	11.73	4	-2	-1	22.[illegible]	20.23	4	-7	0	5.37	5.85	4	8	0	2.02	-2.11
5	4	-1	17.73	14.30	4	-1	0	11.47	-13.59	4	-7	-1	3.66	-3.91	4	8	1	5.57	6.86
5	5	0	7.33	-8.25	4	-1	1	3.02	2.58	4	-7	2	1.15	1.10	4	8	2	9.79	10.04
5	5	1	11.[illegible]	12.25	4	-1	2	24.36	20.68	4	-7	3	1.27	-1.23	4	8	3	0.66	-0.36
5	5	2	13.97	15.45	4	-1	3	5.42	4.81	4	-7	-3	10.63	11.02	4	8	-2	9.58	10.00
5	5	3	3.44	-3.01	4	-1	4	2.88	-2.83	4	-7	-2	7.32	7.30	4	8	-1	5.19	5.18
5	5	-3	3.27	3.57	4	-1	-4	3.19	-4.30	4	-7	-1	3.48	-3.91	4	9	0	1.95	-1.77
5	5	-2	17.45	15.13	4	-1	-3	1.89	-1.87	4	-6	0	13.57	15.97	4	9	1	7.84	9.32
5	5	-1	3.75	3.54	4	-1	-2	29.31	24.21	4	-6	1	10.72	12.87	4	9	2	7.93	8.26
5	6	0	1.64	1.91	4	-1	-1	20.31	16.90	4	-6	2	3.35	-3.40	4	9	3	0.97	-1.64
5	6	1	13.72	17.70	5	0	0	29.42	29.60	4	-6	3	1.54	1.32	4	9	-3	3.21	3.65
5	6	2	5.99	5.35	5	0	1	9.76	8.30	4	-6	4	6.38	6.87	4	9	-2	9.17	8.97
5	6	3	5.77	-5.48	5	0	2	26.97	-11.18	4	-6	-4	5.12	5.83	4	9	-1	1.12	0.93
5	6	4	5.15	4.72	5	0	3	7.38	6.18	4	-6	-3	14.06	14.00	4	10	0	4.26	4.16

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
6	5	2	7.14	-6.76	5	-1	0	10.85	12.09	5	-8	-3	5.33	5.71	5	6	-3	5.44	5.82
6	5	3	3.94	4.01	5	-1	1	17.87	18.19	5	-8	-2	4.37	-4.13	5	6	-2	10.44	10.63
6	5	4	9.74	9.33	5	-1	2	1.56	-1.16	5	-8	-1	2.63	2.59	5	6	-1	2.35	-2.25
6	5	-3	8.82	9.43	5	-1	3	1.39	1.09	5	-7	0	9.58	9.57	5	7	0	4.71	5.09
6	5	-2	3.50	-2.87	5	-1	4	9.63	9.48	5	-7	1	3.49	-3.52	5	7	1	11.23	14.56
6	5	-1	1.71	-1.52	5	-1	-4	2.93	3.34	5	-7	2	3.02	3.32	5	7	2	2.76	2.75
6	6	0	13.75	15.09	5	-1	-3	15.83	14.73	5	-7	3	9.86	10.15	5	7	3	1.58	-1.48
6	6	1	1.25	-2.05	5	-1	-2	5.41	4.30	5	-7	-4	7.05	8.05	5	7	4	5.84	5.90
6	6	2	4.04	-3.62	5	-1	-1	8.65	-6.90	5	-7	-3	2.15	2.38	5	7	-3	9.03	9.86
6	6	3	11.82	10.94	6	0	0	4.15	-4.43	5	-7	-2	1.84	-1.53	5	7	-2	5.74	5.59
6	6	4	7.25	6.72	6	0	1	1.98	-2.75	5	-7	-1	10.30	10.50	5	7	-1	6.16	-5.95
6	6	-3	3.34	3.27	6	0	2	17.92	15.15	5	-6	0	2.67	2.83	5	8	0	3.75	10.05
6	6	-2	3.72	-3.34	6	0	3	10.44	8.57	5	-6	1	4.62	-5.52	5	8	1	6.84	8.37
6	6	-1	9.30	8.42	6	0	4	2.52	-2.25	5	-6	2	8.52	8.87	5	8	2	3.68	-3.70
6	7	0	9.51	10.14	6	0	-3	4.60	-4.20	5	-6	3	9.16	9.38	5	8	-3	6.11	6.55
6	7	1	0.61	-0.57	6	0	-2	13.00	11.18	5	-6	-4	6.14	6.69	5	8	-2	0.83	0.38
6	7	2	2.32	2.44	6	0	-1	21.50	17.17	5	-6	-3	4.43	-4.30	5	8	-1	1.80	-1.07
6	7	3	9.59	8.93	6	1	0	7.30	-6.60	5	-6	-2	3.20	3.34	5	9	0	12.49	12.79
6	7	-2	2.68	-2.60	6	1	1	9.73	7.95	5	-6	-1	16.97	18.00	5	9	1	2.42	2.70
6	7	-1	8.94	8.75	6	1	2	22.39	17.93	5	-5	0	4.87	-5.51	5	9	2	3.18	-3.42
6	8	0	2.37	2.15	6	1	3	1.17	0.88	5	-5	1	1.06	-1.34	5	9	3	6.43	6.22
6	8	1	4.15	-4.30	6	1	4	4.55	-4.09	5	-5	2	14.79	14.80	5	9	-2	3.34	-3.61
6	8	2	7.38	7.83	6	1	-3	2.57	2.76	5	-5	3	5.94	6.99	5	9	-1	1.41	1.55
6	8	3	10.09	9.52	6	1	-2	15.35	14.19	5	-5	4	2.70	-2.91	5	10	0	9.63	9.35
6	8	-2	2.75	2.56	6	1	-1	9.16	6.73	5	-5	-3	1.54	-1.37	5	10	1	3.61	-3.36
6	8	-1	11.22	11.08	6	2	0	3.07	-5.60	5	-5	-2	14.13	13.07	5	10	3	8.29	8.54
6	9	0	2.30	-2.70	6	2	1	13.35	9.52	5	-5	-1	13.39	13.59	5	10	-1	8.57	8.42
6	9	1	1.65	0.96	6	2	2	16.60	12.40	5	-4	0	3.51	-4.47	5	11	0	1.90	1.77
6	9	2	8.84	9.33	6	2	3	0.90	-0.78		-4	1	5.84	6.22	5	11	1	2.32	-2.06
6	9	3	3.39	3.51	6	2	-3	3.24	2.97		-4	2	14.71	13.90	5	11	2	5.15	5.39
6	9	-2	5.26	5.52	6	2	-2	19.81	17.06		-4	3	0.75	-0.64	5	11	-1	6.31	6.93
6	9	-1	6.77	6.55	6	2	-1	9.09	7.11	5	-4	-3	0.97	-0.85	5	12	1	2.33	-1.83
6	10	0	4.25	-4.06	6	3	0	5.53	4.25	5	-4	-2	15.72	13.98	5	-12	1	6.03	4.43
6	10	2	7.62	8.40	6	3	1	23.58	19.74	5	-4	-1	12.69	12.56	5	-11	1	9.47	7.88
6	10	-1	3.83	3.76	6	3	2	7.65	5.96	5	-3	0	4.11	-5.00	5	-11	2	2.41	2.52
6	11	1	7.83	7.77	6	3	3	5.43	-4.89	5	-3	-1	1.50	1.17	5	-11	-2	5.99	6.51
6	11	2	4.53	4.72	6	3	4	4.87	4.88	5	-3	2	13.52	11.87	5	-10	0	8.3.	6.97
6	-12	0	3.78	7.57	6	3	-3	10.39	9.65	5	-3	3	3.33	-3.31	5	-10	1	3.78	8.50
6	-12	-1	1.45	1.10	6	3	-2	10.50	9.20	5	-3	-4	3.34	-3.66	5	-10	-3	7.60	7.21
6	-11	0	3.03	6.98	6	3	-1	7.45	-5.78	5	-3	-3	7.43	6.98	5	-10	-1	2.90	-2.45
6	-11	-1	5.07	4.50	6	4	0	11.43	10.42	5	-3	-2	21.27	18.54	5	-9	0	10.26	8.89
6	-10	0	5.93	4.53	6	4	1	14.59	14.93	5	-3	-1	1.66	1.17	5	-9	1	5.74	4.85
6	-10	1	4.24	-3.76	6	4	2	2.03	-2.14	5	-2	0	8.81	10.64	5	-9	2	2.12	-1.96
6	-10	-1	11.87	10.25	6	4	3	0.61	-0.84	5	-2	1	19.03	22.14	5	-9	3	2.66	2.65
6	-9	0	0.90	0.50	6	4	4	10.73	10.44	5	-2	2	1.97	1.70	5	-9	-3	6.88	7.16
6	-9	1	1.17	-1.04	6	4	-3	10.54	10.80	5	-2	3	5.44	-4.83	5	-9	-2	1.09	0.64
6	-9	2	6.93	6.38	6	4	-2	3.76	3.31	5	-2	4	8.01	7.30	5	-9	-2	0.61	0.64
6	-9	3	4.42	4.63	6	4	-1	5.06	-4.62	5	-2	-3	12.75	12.25	5	-8	0	14.93	14.34
6	-9	-3	1.37	-1.53	6	5	0	16.08	16.77	5	-2	-2	8.55	7.57	5	-8	1	4.42	4.92
6	-9	-2	4.58	4.21	6	5	1	8.03	8.42	5	-2	-1	7.28	-6.73	5	-8	2	3.53	-3.72

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
7	-8	-1	3.45	-3.40	7	4	-2	1.64	0.83	6	-2	4	5.35	5.17	6	-9	-1	3.20	3.47
7	-7	0	13.48	13.35	7	4	-1	15.98	12.54	6	-2	-4	7.47	8.97	6	-8	0	2.42	-2.45
7	-7	1	4.65	4.39	7	5	0	1.41	-1.77	6	-2	-3	0.11	-0.44	6	-8	1	1.62	1.50
7	-7	2	4.14	-4.43	7	5	1	3.00	-3.14	6	-2	-2	3.35	-3.07	6	-8	2	7.81	8.34
7	-7	3	2.80	3.22	7	5	2	14.27	12.67	6	-2	-1	19.44	19.83	6	-8	-2	9.41	9.40
7	-7	-3	7.31	7.63	7	5	3	8.95	7.82	6	-1	0	5.70	6.10	6	-8	-1	8.43	8.79
7	-7	-2	3.13	-3.09	7	5	4	2.30	-2.68	6	-1	1	4.13	-1.66	6	-7	0	4.31	-4.23
7	-7	-1	0.83	0.37	7	5	-3	3.85	-4.17	6	-1	2	12.43	11.01	6	-7	1	7.61	8.39
7	-6	0	12.21	13.33	7	5	-2	5.02	5.27	6	-1	3	14.38	11.54	6	-7	2	8.87	9.37
7	-6	1	1.39	-1.57	7	5	-1	16.21	14.08	6	-1	-4	7.14	8.71	6	-7	-3	0.75	-0.50
7	-6	2	2.21	-2.82	7	6	0	5.15	-6.11	6	-1	-3	3.55	-3.47	6	-7	-3	3.62	4.03
7	-6	3	7.57	7.34	7	6	1	2.14	2.06	6	-1	-2	0.87	0.91	6	-7	-2	13.07	12.86
7	-6	-3	3.51	3.22	7	6	2	14.66	12.88	6	-1	-1	22.75	18.31	6	-7	-1	2.14	1.90
7	-6	-2	3.01	-3.08	7	6	3	3.32	3.76	7	0	0	3.86	3.95	6	-6	0	2.47	2.79
7	-6	-1	8.45	8.30	7	6	-2	11.70	10.72	7	0	1	16.40	19.08	6	-6	1	9.88	12.03
7	-5	0	10.16	11.36	7	6	-1	7.74	7.34	7	0	2	3.67	3.17	6	-6	2	3.95	4.04
7	-5	1	2.29	-3.00	7	7	0	1.47	-2.05	7	0	3	3.46	-3.34	6	-6	3	2.11	-2.78
7	-5	2	2.93	2.61	7	7	1	5.37	6.71	7	0	4	7.63	6.83	6	-6	-3	6.95	7.25
7	-5	3	8.40	8.19	7	7	2	9.03	8.03	7	0	-4	1.39	-1.30	6	-5	-2	10.38	9.73
7	-5	-2	3.52	-3.45	7	7	3	1.77	-2.04	7	0	-1	12.42	12.36	6	-6	-1	1.22	-1.14
7	-5	-1	12.13	11.84	7	7	-2	8.99	8.52	7	0	-2	11.97	9.98	6	-5	0	6.24	7.12
7	-4	0	1.71	1.35	7	7	-1	4.02	3.99	7	0	-1	8.71	-7.74	6	-5	1	13.38	17.57
7	-4	1	4.19	-5.00	7	8	0	1.84	-0.79	7	1	0	17.4	15.87	6	-5	2	1.00	1.00
7	-4	2	9.55	10.34	7	8	1	9.24	11.50	7	1	1	14.48	13.57	6	-5	3	2.98	-3.41
7	-4	3	10.20	9.35	7	8	2	5.13	5.55	7	1	2	9.06	-6.72	6	-5	4	5.07	5.75
7	-4	4	2.39	-2.24	7	8	3	2.05	-3.28	7	1	3	1.62	1.56	6	-5	-3	12.65	12.67
7	-4	-4	4.37	5.34	7	8	-2	7.01	7.89	7	1	4	11.71	11.01	6	-5	-2	5.00	5.41
7	-4	-3	3.33	-3.01	7	8	-1	2.28	-2.79	7	1	-4	3.34	3.29	6	-5	-1	7.80	-7.72
7	-4	-2	4.52	3.32	7	9	0	6.89	6.33	7	1	-3	11.40	11.55	6	-4	0	12.42	15.78
7	-4	-1	16.74	15.81	7	9	1	8.59	10.07	7	1	-2	1.06	0.85	6	-4	1	6.47	8.34
7	-3	0	1.87	-2.04	7	9	-1	3.63	-4.11	7	1	-1	6.22	-5.35	6	-4	2	5.22	-5.13
7	-3	1	1.89	1.47	7	10	0	6.91	6.81	7	2	0	23.10	17.49	6	-4	3	3.38	3.28
7	-3	2	12.95	12.55	7	10	1	4.21	3.76	7	2	1	1.90	1.29	6	-4	4	8.85	9.14
7	-3	3	4.07	3.86	7	11	0	8.43	8.13	7	2	2	5.40	-5.05	6	-4	-4	3.71	4.42
7	-3	4	2.67	-2.33	7	-11	1	4.47	3.59	7	2	3	10.14	8.55	6	-4	-3	10.99	11.05
7	-3	-3	2.94	-2.53	7	-11	-1	3.84	2.89	7	2	4	8.75	8.74	6	-4	-2	6.61	0.73
7	-3	-2	9.81	8.93	7	-10	0	1.90	-1.48	7	2	-3	7.60	7.63	6	-4	-1	0.87	-0.64
7	-3	-1	12.44	11.93	7	-10	1	6.89	5.37	7	2	-2	4.08	-4.04	6	-3	0	14.13	18.08
7	-2	0	7.89	-8.32	7	-10	2	5.13	4.80	7	2	-1	6.08	4.81	6	-3	1	4.23	5.19
7	-2	1	5.84	7.14	7	-10	-2	7.64	7.65	7	3	0	22.25	17.51	6	-3	2	3.51	-3.23
7	-2	2	15.82	14.53	7	-10	-1	0.66	1.23	7	3	1	1.85	1.00	6	-3	3	7.22	6.86
7	-2	3	1.12	0.85	7	-9	0	1.12	1.08	7	3	2	4.09	-3.31	6	-3	4	6.62	6.67
7	-2	-4	1.95	-2.51	7	-9	1	10.83	9.57	7	3	3	9.65	7.74	6	-3	-4	8.49	9.78
7	-2	-3	2.72	2.10	7	-9	2	3.00	3.00	7	3	4	6.02	5.58	6	-3	-3	9.01	8.53
7	-2	-2	18.87	16.81	7	-9	-2	6.07	6.36	7	3	-2	6.75	-5.93	6	-3	-2	5.38	-4.90
7	-2	-1	7.15	6.53	7	-9	-1	2.40	-2.18	7	3	-1	12.53	9.89	6	-3	-1	4.67	4.52
7	-1	0	0.50	0.56	7	-8	0	5.20	4.09	7	4	0	7.23	6.40	6	-2	0	14.36	17.36
7	-1	1	13.69	12.24	7	-8	1	8.54	8.50	7	4	1	5.15	-4.59	6	-2	1	3.50	-3.83
7	-1	2	9.03	7.65	7	-8	-3	8.45	8.89	7	4	2	9.68	7.88	6	-2	2	1.37	-0.88
7	-1	3	5.20	-4.32	7	-8	-2	5.22	5.55	7	4	3	14.63	11.77	6	-2	3	14.15	12.75

H	K	L	FO	FC
9	4	-3	3.67	4.13
9	4	-2	4.42	-3.59
9	4	-1	4.03	4.29
9	4	0	9.62	9.50
9	5	1	2.70	-3.67
9	5	2	1.12	-1.25
9	5	3	10.03	8.64
9	5	-1	10.15	8.98
9	6	0	6.26	6.31
9	6	1	2.97	-2.12
9	6	2	3.91	3.91
9	6	3	8.16	6.66
9	6	-1	9.88	8.82
9	7	0	1.54	-1.76
9	7	1	2.00	-1.99
9	7	2	8.58	9.23
9	7	3	6.25	6.12
9	7	-2	4.16	4.46
9	7	-1	9.27	8.24
9	8	2	7.21	7.96
9	8	-1	4.44	4.56
9	8	1	5.32	5.26
9	8	2	5.68	5.20
9	-10	-1	6.13	5.36
9	-9	0	3.48	-2.94
9	-9	1	1.56	1.78
9	-9	2	6.13	5.94
9	-9	-2	7.46	7.44
9	-9	-1	5.62	5.16
9	-8	0	1.46	-1.03
9	-8	1	8.24	6.79
9	-8	2	4.38	4.59
9	-8	-2	7.44	7.23
9	-7	0	2.60	3.08
9	-7	1	9.57	9.44
9	-7	-2	5.37	5.04
9	-7	-1	3.15	-3.18
9	-6	0	7.59	8.06
9	-6	1	8.24	8.89
9	-6	-3	8.30	8.99
9	-6	-1	4.03	-4.20
9	-5	0	9.75	10.13
9	-5	1	1.48	1.92
9	-5	2	2.90	-2.92
9	-5	3	4.78	5.21
9	-5	-3	6.21	6.62
9	-5	-2	1.15	-1.12
9	-5	-1	2.36	2.13
9	-4	0	11.09	12.34
9	-4	1	0.75	-0.05

H	K	L	FO	FC
8	-2	0	11.69	12.45
8	-2	1	6.43	8.91
8	-2	2	2.74	-2.80
8	-2	3	3.05	2.61
8	-2	4	7.04	7.19
8	-2	-3	10.43	10.73
8	-2	-2	1.32	-1.14
8	-2	-1	3.62	-2.84
8	-1	0	15.67	16.80
8	-1	1	0.56	-0.45
8	-1	2	5.93	-5.33
8	-1	3	9.06	7.96
8	-1	4	7.68	7.24
8	-1	-3	4.44	4.50
8	-1	-2	5.21	-4.42
8	-1	-1	9.37	7.97
8	0	0	5.34	-5.19
8	0	1	7.49	10.00
8	0	2	11.79	10.29
8	0	3	3.69	-3.36
8	0	-3	1.62	1.08
8	0	-2	12.59	11.71
8	0	-1	3.02	3.03
8	1	0	0.61	0.29
8	1	1	9.84	12.71
8	1	2	6.46	5.07
8	1	3	3.45	-3.48
8	1	4	3.37	2.97
8	1	-3	6.33	6.54
8	1	-2	11.23	10.16
8	1	-1	3.24	-2.46
8	2	0	7.83	5.85
8	2	1	13.49	14.94
8	2	2	1.62	1.85
8	2	3	4.00	-3.54
8	2	4	5.49	4.92
8	2	-3	8.68	9.58
8	2	-2	4.04	3.16
8	2	-1	6.70	-5.81
8	3	0	10.35	7.46
8	3	1	10.05	7.83
8	3	2	1.58	-1.19
8	3	3	3.67	3.25
8	3	-3	8.24	8.50
8	3	-2	1.80	2.11
8	3	-1	3.00	-2.89
8	4	0	16.40	12.88
8	4	1	0.94	0.18
8	4	2	5.38	-4.62
8	4	3	7.13	6.40

H	K	L	FO	FC
8	7	3	5.01	4.59
8	7	-1	0.87	0.23
8	8	0	8.95	9.47
8	8	1	0.61	-0.23
8	8	3	6.13	5.79
8	8	-2	2.51	-2.63
8	8	-1	4.21	4.50
8	9	0	5.29	5.60
8	9	1	3.42	-3.11
8	9	-1	8.16	8.13
8	10	0	1.92	1.20
8	-10	0	8.65	7.18
8	-10	1	1.50	1.53
8	-9	0	9.52	8.19
8	-9	-1	6.68	5.79
8	-8	0	4.10	3.50
8	-8	1	2.57	-1.87
8	-8	-1	8.86	8.65
8	-7	0	2.00	1.79
8	-7	1	1.84	-1.21
8	-7	2	5.03	5.28
8	-7	3	4.44	4.51
8	-7	-2	4.37	4.41
8	-7	-1	9.61	9.53
8	-6	0	4.54	-4.85
8	-6	1	3.00	3.46
8	-6	2	9.61	11.06
8	-6	3	1.82	1.61
8	-6	-2	9.69	9.54
8	-6	-1	5.91	5.74
8	-5	0	3.46	-3.57
8	-5	1	6.70	8.29
8	-5	2	7.68	8.44
8	-5	-2	12.33	12.04
8	-5	-1	3.13	3.07
8	-4	0	0.94	0.73
8	-4	1	9.56	12.34
8	-4	2	5.52	5.44
8	-4	3	3.01	-3.02
8	-4	-3	8.25	8.31
8	-4	-2	10.05	9.30
8	-4	-1	3.50	-3.11
8	-3	0	6.71	7.33
8	-3	1	9.12	12.78
8	-3	2	1.54	-0.86
8	-3	3	1.70	-1.37
8	-3	4	7.18	7.42
8	-3	-3	8.64	8.46
8	-3	-2	4.05	4.12
8	-3	-1	3.33	-3.40

H	K	L	FO	FC
7	-1	-3	6.70	6.48
7	-1	-2	14.49	12.35
7	-1	-1	2.12	-1.90
8	0	0	11.12	10.74
8	0	1	2.81	-3.42
8	0	2	3.42	2.88
8	0	3	12.31	10.81
8	0	-2	1.20	-1.23
8	0	-1	12.80	10.94
8	1	0	7.26	5.73
8	1	1	5.61	-5.94
8	1	2	8.15	6.97
8	1	3	12.72	10.54
8	1	-3	3.71	-4.07
8	1	-2	2.40	1.78
8	1	-1	19.65	16.43
8	2	0	0.83	-0.60
8	2	1	0.83	-0.70
8	2	2	14.87	11.71
8	2	3	7.59	6.46
8	2	4	3.54	-3.07
8	2	-2	7.04	5.92
8	2	-1	11.44	11.00
8	3	0	7.05	-5.72
8	3	1	4.56	3.18
8	3	2	16.31	12.87
8	3	3	1.37	1.03
8	3	-2	12.67	11.47
8	3	-1	9.82	8.17
8	4	0	5.07	-4.13
8	4	1	13.53	13.87
8	4	2	12.54	9.57
8	4	3	4.42	-4.56
8	4	-3	5.20	5.26
8	4	-2	12.67	12.04
8	4	-1	1.84	-1.75
8	5	0	5.78	5.11
8	5	1	9.79	12.62
8	5	2	1.00	1.25
8	5	3	3.22	-2.41
8	5	-3	6.24	6.43
8	5	-2	6.54	5.90
8	5	-1	3.25	-3.03
8	6	0	7.08	6.35
8	6	1	8.97	11.45
8	6	2	1.41	-0.82
8	6	-1	5.15	-4.58
8	7	0	9.97	9.99
8	7	1	3.01	3.46
8	7	2	4.50	-4.54

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
11	-5	-2	0.32	6.41	10	-2	2	2.21	3.14	10	3	-1	13.41	11.56	9	-4	2	1.77	-2.22
11	-6	-1	0.75	0.19	10	-2	3	3.45	-3.34	10	4	0	2.44	20.44	9	-4	3	6.62	6.57
11	-5	0	3.24	3.50	10	-2	-3	5.94	5.06	10	4	1	3.81	3.11	9	-4	-3	1.57	1.58
11	-5	1	8.19	8.53	10	-2	-2	6.81	6.52	10	4	2	17.33	8.70	9	-4	-2	4.18	-3.13
11	-5	-2	3.57	3.51	10	-2	-1	2.32	-2.14	10	4	3	4.25	3.80	9	-4	-1	5.22	5.43
11	-5	-1	3.44	-3.06	10	-1	0	5.54	5.74	10	4	-2	6.39	6.11	9	-3	0	5.08	7.72
11	-4	0	5.51	6.51	10	-1	1	7.63	10.88	10	4	-1	9.73	8.15	9	-3	1	3.45	-4.92
11	-4	1	5.37	6.45	10	-1	2	1.00	-0.80	10	5	0	4.91	-4.34	9	-3	2	7.12	2.84
11	-3	0	9.00	8.93	10	-1	-3	8.38	8.50	10	5	1	3.94	4.95	9	-3	3	9.30	8.90
11	-3	1	3.81	3.49	10	-1	12	2.99	3.01	10	5	2	4.05	8.78	9	-3	-3	0.94	-1.25
11	-3	2	1.95	-2.37	10	-1	-1	4.81	-4.70	10	5	-2	8.19	7.50	9	-3	-2	0.61	-0.71
11	-3	-2	2.40	-2.54	11	0	0	1.17	-0.94	10	6	0	1.56	-1.46	9	-3	-1	13.40	12.60
11	-2	0	8.44	9.10	11	0	1	1.97	-2.13	10	6	1	5.47	7.76	9	-2	0	3.51	2.13
11	-2	1	1.71	-2.04	11	0	2	7.34	7.86	10	5	2	5.47	4.35	9	-2	1	2.02	-2.04
11	-2	3	6.80	6.73	11	0	3	5.31	5.50	10	6	3	3.19	-3.44	9	-2	2	7.54	7.55
11	-2	-1	7.17	6.32	11	0	-2	5.17	4.60	10	6	-2	7.63	7.63	9	-2	3	6.95	6.53
11	-1	0	4.48	4.41	11	0	-1	10.24	9.44	10	7	1	7.49	9.68	9	-2	-3	3.25	-3.22
11	-1	1	3.48	-3.37	11	1	0	4.00	-3.84	10	7	-1	3.09	-3.20	9	-2	-2	3.79	3.48
11	-1	2	3.93	4.10	11	1	1	1.48	1.77	10	8	0	5.58	5.59	9	-2	-1	13.40	12.13
11	-1	3	6.60	6.43	11	1	2	9.83	9.55	10	8	1	3.04	6.23	9	-1	0	4.55	-4.32
11	-1	-1	9.99	9.14	11	1	-2	7.20	7.20	10	-9	0	5.99	4.32	9	-1	1	0.66	0.10
12	0	1	6.39	8.19	11	1	-1	6.09	5.40	10	-9	1	4.68	3.80	9	-1	2	12.59	12.25
12	0	-2	5.05	4.35	11	2	0	4.63	-4.35	10	-8	0	0.27	7.20	9	-1	3	4.49	4.14
12	1	0	6.43	5.34	11	2	1	3.90	3.91	10	-8	1	2.40	3.08	9	-1	-3	1.52	-2.07
12	1	1	6.32	8.74	11	2	2	8.43	6.92	10	-8	2	2.06	-1.92	9	-1	-2	11.22	10.11
12	1	2	2.17	-1.35	11	2	-2	9.75	9.76	10	-8	-1	1.98	1.98	9	-1	-1	11.96	10.00
12	1	-2	1.50	2.03	11	2	-1	3.40	3.45	10	-7	0	5.99	5.80	10	0	0	12.60	11.86
12	2	0	9.29	7.41	11	3	0	2.12	2.00	10	-7	-1	4.91	5.09	10	0	1	2.88	3.81
12	2	1	2.75	3.29	11	3	1	6.57	8.97	10	-6	0	4.90	3.75	10	0	2	4.64	-4.32
12	2	2	2.33	-2.70	11	3	2	3.71	2.47	10	-5	1	3.53	-3.50	10	0	3	3.72	3.76
12	3	0	9.98	8.49	11	3	3	3.45	-3.48	10	-6	-1	9.96	9.74	10	0	-3	5.47	5.78
12	3	2	3.03	2.33	11	3	-2	5.46	5.03	10	-5	0	1.85	-1.14	10	0	-2	2.33	-2.40
12	3	-1	5.01	4.45	11	4	0	5.93	5.23	10	-5	1	1.30	-1.64	10	0	-1	1.03	0.93
12	4	0	4.45	3.95	11	4	1	6.50	9.54	10	-5	2	6.59	7.76	10	1	0	11.63	10.52
12	4	2	3.10	2.16	11	4	2	0.65	-0.20	10	-5	3	4.54	4.44	10	1	1	1.50	1.41
12	4	-1	6.73	6.09	11	4	3	1.97	-2.19	10	-5	-2	5.32	4.36	10	1	2	2.83	-2.59
12	5	2	5.64	5.49	11	5	0	9.26	7.06	10	-5	-1	9.16	8.91	10	1	3	7.17	6.08
12	5	0	2.67	-2.66	11	5	1	5.24	6.51	10	-4	0	2.12	-2.52	10	1	-3	4.55	4.95
12	-7	0	6.43	5.57	11	5	2	2.70	-1.58	10	-4	1	2.82	3.22	10	1	-2	2.61	-2.66
12	-6	0	7.28	6.78	11	5	-1	2.52	-3.29	10	-4	2	7.03	7.80	10	1	-1	3.60	3.02
12	-5	0	5.73	5.52	11	5	0	7.73	6.84	10	-4	-2	7.64	7.34	10	2	0	12.76	10.64
12	-5	1	0.66	0.83	11	6	-1	2.75	2.68	10	-4	-1	6.22	6.01	10	2	1	3.17	-3.50
12	-5	-1	5.45	5.14	11	7	0	6.35	6.79	10	-3	0	3.70	-3.78	10	2	2	0.94	-0.58
12	-4	2	3.53	4.15	11	-8	-1	5.13	5.49	10	-3	1	5.78	7.16	10	2	3	10.52	8.57
12	-4	-1	7.35	7.35	11	-7	0	3.45	-3.14	10	-3	2	7.48	8.09	10	2	-2	2.98	-2.69
12	-3	2	5.04	5.92	11	-7	1	4.19	3.98	10	-3	-3	3.35	3.90	10	2	-1	11.03	8.80
12	-3	-1	7.56	7.54	11	-7	-1	1.54	1.48	10	-3	-2	10.42	10.13	10	3	0	1.62	1.07
12	-2	0	4.24	-4.16	11	-6	0	0.75	0.04	10	-3	-1	0.61	1.02	10	3	1	4.40	-4.15
12	-2	2	6.63	7.28	11	-6	1	5.52	5.61	10	-2	0	1.95	2.05	10	3	2	10.10	8.16
12	-2	-2	7.81	7.44	11	-6	2	2.12	2.71	10	-2	1	7.92	11.11	10	3	3	9.39	8.07

5.5. Strukturfaktoren von $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$

H	K	L	FO	FC
-4	0	3	14.48	13.32
-3	0	3	21.44	21.71
-2	0	3	21.40	21.55
-1	0	3	23.76	23.63
0	0	3	20.57	20.62
1	0	3	21.24	22.02
2	0	3	20.42	21.49
3	0	3	20.40	21.19
4	0	3	15.79	16.56
5	0	3	16.95	18.15
6	0	3	10.23	11.70
7	0	3	14.56	14.82
8	0	3	13.42	14.00
-7	0	4	11.91	12.82
-6	0	4	12.14	13.51
-5	0	4	12.73	13.58
-4	0	4	14.05	14.34
-3	0	4	14.35	14.98
-2	0	4	17.93	18.04
-1	0	4	13.77	13.26
0	0	4	16.53	16.44
1	0	4	16.53	16.40
2	0	4	16.01	16.58
3	0	4	15.97	17.22
4	0	4	16.22	16.50
5	0	4	11.20	13.03
6	0	4	13.86	14.41
7	0	4	11.63	12.65
-5	0	5	9.46	10.24
-4	0	5	11.37	11.78
-3	0	5	12.61	12.67
-2	0	5	12.25	11.50
-1	0	5	12.42	11.95
0	0	5	11.97	11.06
1	0	5	12.84	12.21
2	0	5	11.64	11.22
3	0	5	11.31	11.16
4	0	5	9.50	10.24
5	0	5	9.35	9.70
-2	0	6	8.34	8.58
-1	0	6	9.73	9.31
0	0	6	10.07	9.81
1	0	6	9.55	9.19
2	0	6	10.36	9.54
-9	1	0	16.30	15.64
-8	1	0	16.10	15.29
-7	1	0	19.81	17.92
-6	1	0	22.00	25.00
-5	1	0	20.14	18.34
-4	1	0	32.73	30.23

H	K	L	FO	FC
-9	0	0	14.62	14.62
-8	0	0	20.23	18.39
-7	0	0	17.04	15.35
-6	0	0	27.10	24.50
-5	0	0	25.67	22.64
-4	0	0	28.79	26.06
-3	0	0	34.72	31.84
-2	0	0	33.75	33.14
-9	0	1	16.12	16.01
-8	0	1	15.39	14.40
-7	0	1	26.01	24.15
-6	0	1	19.47	17.59
-5	0	1	27.23	24.86
-4	0	1	24.92	22.17
-3	0	1	19.85	18.09
-2	0	1	21.49	19.18
-1	0	1	30.69	31.76
0	0	1	23.23	24.18
1	0	1	29.33	29.48
2	0	1	18.27	19.26
3	0	1	35.11	36.03
4	0	1	24.14	24.94
5	0	1	26.61	26.44
6	0	1	23.62	22.91
7	0	1	17.98	17.64
8	0	1	14.98	14.93
9	0	1	18.63	18.79
-9	0	2	12.66	13.05
-8	0	2	15.50	16.47
-7	0	2	17.90	17.96
-6	0	2	23.01	23.20
-5	0	2	20.23	19.34
-4	0	2	29.17	29.18
-3	0	2	21.81	21.22
-2	0	2	29.60	30.19
-1	0	2	33.21	34.11
0	0	2	21.85	22.99
1	0	2	18.11	18.92
2	0	2	28.23	28.91
3	0	2	15.65	16.70
4	0	2	24.73	26.05
5	0	2	18.45	19.99
6	0	2	18.91	18.74
7	0	2	17.19	17.01
8	0	2	19.55	18.19
9	0	2	15.74	15.61
-8	0	3	12.24	13.78
-7	0	3	13.20	14.14
-6	0	3	14.77	14.54
-5	0	3	16.53	17.61

H	K	L	FO	FC
12	-2	-1	4.15	4.04
12	-1	1	5.73	6.39
12	-1	2	3.67	3.46
12	-1	-2	6.55	6.17
13	0	0	5.94	5.94
13	0	-1	4.76	4.50
13	1	0	3.34	3.70
13	1	-1	8.02	7.90
13	2	-1	5.87	5.26
13	3	1	2.02	1.21
13	4	0	3.22	-3.50
13	4	1	5.30	3.99
13	-5	0	1.90	-1.88
13	-4	1	5.28	5.19
13	-3	0	2.87	2.60
13	-3	1	5.66	6.67
13	-3	-1	2.42	-2.20
13	-2	0	5.60	5.67
13	-2	1	4.32	4.98
13	-2	-1	1.60	-1.89

R-WERT (UNGEWICHTET) 0.1257
R-WERT (GEWICHTET) 0.1579
MITTLERE STANDARDABWEICHUNG 4.2768

ENDE DER RECHNUNG

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
4	2	4	12.41	12.22	-2	2	1	14.76	15.18	-3	1	0	19.83	18.95	0	1	3	13.90	13.30
5	2	4	9.61	9.92	-1	2	1	20.33	20.70	-2	1	0	21.07	21.24	1	1	3	21.44	21.20
-2	2	5	9.42	8.71	0	2	1	18.12	16.69	-1	1	0	20.95	21.60	2	1	3	16.18	16.53
-1	2	5	9.16	8.99	1	2	1	19.95	20.75	0	1	0	29.78	27.68	3	1	3	16.30	16.12
0	2	5	8.82	8.43	2	2	1	14.84	14.74	-9	1	1	13.91	14.69	4	1	3	14.18	15.43
1	2	5	9.26	9.19	3	2	1	23.70	22.65	-8	1	1	13.69	12.73	5	1	3	16.68	16.83
2	2	5	8.39	8.58	4	2	1	18.07	17.19	-7	1	1	18.1[illegible]	18.34	6	1	3	17.47	14.43
-6	3	0	13.61	12.61	5	2	1	21.19	18.20	-6	1	1	21.05	20.25	7	1	3	16.70	15.94
-5	3	0	11.28	10.53	6	2	1	17.23	16.08	-5	1	1	24.24	27.43	8	1	3	13.04	13.43
-4	3	0	15.41	14.22	7	2	1	14.64	13.31	-4	1	1	23.95	22.10	-7	1	4	9.91	10.36
-3	3	0	11.26	10.64	8	2	1	11.69	11.94	-3	1	1	31.25	31.52	-6	1	4	11.[illegible]	10.76
-2	3	0	12.34	12.39	-7	2	2	12.89	13.35	-2	1	1	20.66	21.26	-5	1	4	10.95	11.27
-1	3	0	11.43	11.82	-6	2	2	16.94	16.56	-1	1	1	41.13	42.36	-4	1	4	12.84	13.76
0	3	0	13.22	12.65	-5	2	2	14.30	14.41	0	1	1	30.41	30.80	-3	1	4	15.18	15.51
-6	3	1	11.18	11.14	-4	2	2	19.16	19.34	1	1	1	22.98	23.05	-2	1	4	15.43	16.01
-5	3	1	12.36	12.33	-3	2	2	15.09	15.90	2	1	1	26.87	25.65	-1	1	4	14.60	14.76
-4	3	1	12.64	11.73	-2	2	2	19.34	19.81	3	1	1	27.75	25.51	0	1	4	15.28	15.20
-3	3	1	14.92	14.76	-1	2	2	20.73	20.75	4	1	1	18.54	17.48	1	1	4	13.77	14.08
-2	3	1	11.31	11.88	0	2	2	17.05	16.93	5	1	1	27.28	25.27	2	1	4	15.86	15.58
-1	3	1	16.46	16.25	1	2	2	14.32	14.44	6	1	1	16.64	15.58	3	1	4	12.56	12.84
0	3	1	13.54	14.07	2	2	2	19.98	19.23	7	1	1	19.47	17.95	4	1	4	13.06	13.54
1	3	1	12.44	12.80	3	2	2	13.42	13.18	8	1	1	15.38	15.17	5	1	4	9.68	10.88
2	3	1	12.24	12.60	4	2	2	19.43	18.09	9	1	1	17.42	16.89	6	1	4	10.70	11.03
3	3	1	13.[illegible]	12.98	5	2	2	15.16	14.46	-9	1	2	10.30	10.80	7	1	4	11.63	11.74
4	3	1	11.1[illegible]	10.84	6	2	2	14.[illegible]	13.91	-8	1	2	15.07	16.23	-5	1	5	8.72	9.45
5	3	1	13.[illegible]	12.96	7	2	2	13.18	12.79	-7	1	2	15.1[illegible]	15.34	-4	1	5	9.87	10.00
6	3	1	9.83	9.37	-7	2	3	10.45	10.85	-6	1	2	16.36	16.46	-3	1	5	11.07	11.87
-5	3	2	9.71	9.88	-6	2	3	11.21	11.11	-5	1	2	17.76	17.67	-2	1	5	11.[illegible]	10.82
-4	3	2	9.55	10.34	-5	2	3	12.37	12.89	-4	1	2	17.54	17.60	-1	1	5	12.8[illegible]	10.32
-3	3	2	9.27	9.21	-4	2	3	10.81	10.56	-3	1	2	17.44	14.39	0	1	5	11.30	11.99
-2	3	2	12.25	12.20	-3	2	3	15.1[illegible]	15.30	-2	1	2	26.21	25.98	1	1	5	12.46	12.14
-1	3	2	10.64	10.95	-2	2	3	14.03	14.86	-1	1	2	21.27	21.12	2	1	5	11.94	11.49
0	3	2	12.[illegible]	12.10	-1	2	3	16.35	16.22	0	1	2	27.56	26.76	3	1	5	12.73	12.25
1	3	2	11.[illegible]	11.64	0	2	3	14.64	14.52	1	1	2	19.98	19.80	4	1	5	9.63	10.22
2	3	2	10.73	12.46	1	2	3	15.43	15.37	2	1	2	26.61	26.18	5	1	5	10.07	10.18
3	3	2	11.38	11.7[illegible]	2	2	3	14.87	14.83	3	1	2	22.45	27.72	-6	2	0	14.30	13.86
4	3	2	10.[illegible]	11.43	3	2	3	15.56	15.27	4	1	2	22.10	21.72	-7	2	0	12.50	11.87
5	3	2	10.[illegible]	10.24	4	2	3	12.24	12.39	5	1	2	19.50	19.06	-6	2	0	13.98	17.42
-4	3	3	9.23	9.42	5	2	3	13.70	13.22	6	1	2	17.94	17.75	-5	2	0	17.66	16.35
-3	3	3	9.71	9.37	6	2	3	8.87	9.40	7	1	2	10.33	11.75	-4	2	0	19.94	18.43
-2	3	3	10.3[illegible]	10.68	7	2	3	11.40	11.20	8	1	2	15.71	16.68	-3	2	0	21.22	20.37
-1	3	3	10.85	10.4[illegible]	-5	2	4	9.38	10.26	9	1	2	1[illegible].72	12.55	-2	2	0	21.70	22.17
0	3	3	8.82	9.26	-4	2	4	10.01	10.85	-8	1	3	11.63	12.90	-1	2	0	16.61	14.33
1	3	3	10.3[illegible]	10.26	-3	2	4	10.60	11.22	-7	1	3	15.45	16.56	0	2	0	30.71	32.74
2	3	3	9.24	9.44	-2	2	4	11.10	13.02	-6	1	3	15.03	15.12	-6	2	1	10.9[illegible]	11.17
3	3	3	10.49	10.44	-1	2	4	10.72	10.23	-5	1	3	16.41	17.98	-7	2	1	17.01	16.98
4	3	3	10.24	10.09	0	2	4	12.23	12.07	-4	1	3	16.37	16.80	-6	2	1	17.80	13.34
					1	2	4	12.41	12.19	-3	1	3	17.77	17.91	-5	2	1	18.12	17.61
					2	2	4	12.81	12.22	-2	1	3	20.50	20.58	-4	2	1	15.82	15.64
					3	2	4	12.53	12.48	-1	1	3	21.07	20.41	-3	2	1	14.85	14.98

R-WERT (UNGEWICHTET) 0.0392
R-WERT (GEWICHTET) 0.0507
MITTLERE STANDARDABWEICHUNG 0.8604

ENDE DER RECHNUNG

5.6. Strukturfaktoren von $KOCN \cdot Hg(CN)_2$

H	K	L	FO	FC
5	5	1	3.29	2.94
7	5	1	1.54	-1.93
9	5	1	1.03	1.44
11	5	1	0.61	-1.04
13	5	1	0.61	-0.15
15	5	1	0.61	-0.45
17	5	1	1.41	1.50
1	6	1	10.30	9.54
3	6	1	9.74	9.19
5	6	1	8.82	8.57
7	6	1	8.30	7.74
9	6	1	8.49	7.52
11	6	1	6.75	6.55
13	6	1	6.70	6.55
15	6	1	5.33	5.40
17	6	1	4.46	4.84
1	7	1	0.61	-1.24
3	7	1	0.61	1.53
5	7	1	0.61	-1.57
7	7	1	0.00	1.51
9	7	1	0.61	-0.74
11	7	1	0.65	0.45
13	7	1	0.61	-0.58
15	7	1	0.71	1.[illegible]9
1	8	1	4.45	4.32
3	8	1	6.52	6.11
5	8	1	5.37	5.35
7	8	1	4.83	4.[illegible]
9	8	1	4.55	4.37
11	8	1	3.[illegible]	4.[illegible]
1	9	1	0.61	0.57
3	9	1	0.65	-1.[illegible]
5	9	1	0.56	[illegible]
7	9	1	0.61	-0.[illegible]
9	9	1	0.65	0.[illegible]
0	0	2	22.31	22.[illegible]
2	0	2	12.14	11.[illegible]
4	0	2	14.25	14.15
6	0	2	12.05	11.[illegible]
8	0	2	14.06	14.07
10	0	2	9.[illegible]	9.[illegible]
12	0	2	13.29	13.33
14	0	2	5.[illegible]	5.72
16	0	2	8.[illegible]	7.[illegible]
18	0	2	6.62	6.[illegible]
20	0	2	6.93	6.7[illegible]
2	1	2	0.43	0.75
4	1	2	0.43	0.[illegible]
6	1	2	0.43	-0.[illegible]
8	1	2	0.50	0.[illegible]
11	0	1	15.51	14.34
13	0	1	11.64	10.35
15	0	1	11.37	10.22
17	0	1	10.49	9.70
19	0	1	9.63	8.64
21	0	1	5.84	6.28
1	1	1	0.43	0.38
3	1	1	7.03	-6.52
5	1	1	5.24	4.90
7	1	1	4.59	-4.09
9	1	1	1.60	1.83
11	1	1	1.37	-1.60
13	1	1	0.50	0.41
15	1	1	1.68	-1.83
17	1	1	1.20	1.63
19	1	1	0.60	-0.78
21	1	1	0.66	0.19
1	2	1	20.55	22.78
3	2	1	13.52	14.10
5	2	1	10.15	13.22
7	2	1	13.95	16.05
9	2	1	14.03	13.70
11	2	1	13.15	12.75
13	2	1	12.70	11.36
15	2	1	7.90	7.86
17	2	1	9.08	8.71
19	2	1	7.49	7.70
21	2	1	5.47	6.18
1	3	1	4.15	-4.06
3	3	1	3.69	3.39
5	3	1	0.83	-1.48
7	3	1	3.01	2.98
9	3	1	0.50	-1.49
11	3	1	1.48	1.47
13	3	1	1.52	-1.53
15	3	1	1.92	2.03
17	[illegible]	1	0.01	-0.39
19	3	1	0.61	0.26
1	4	1	12.27	11.75
3	4	1	13.50	13.56
5	4	1	11.98	11.94
7	4	1	11.92	11.35
9	4	1	11.45	11.10
11	4	1	10.62	10.00
13	4	1	8.19	7.72
15	4	1	9.06	8.48
17	4	1	7.31	7.20
19	4	1	6.70	6.15
1	5	1	0.50	-0.25
3	5	1	3.77	-3.69
14	4	0	6.71	7.33
16	4	0	8.24	8.26
18	4	0	5.83	6.27
20	4	0	6.96	6.56
2	5	0	0.43	-0.51
4	5	0	0.50	0.90
6	5	0	0.43	0.49
8	5	0	0.50	0.82
10	5	0	0.50	-0.17
12	5	0	0.56	-0.30
14	5	0	0.61	0.19
16	5	0	1.39	1.20
18	5	0	0.61	-0.35
0	6	0	6.07	5.38
2	6	0	12.29	11.32
4	6	0	8.83	8.53
6	6	0	10.29	9.77
8	6	0	7.25	6.59
10	6	0	3.87	3.09
12	6	0	4.72	5.26
14	6	0	7.65	7.45
16	6	0	5.58	5.67
2	7	0	1.22	-1.39
4	7	0	0.56	-0.33
6	7	0	0.56	0.43
8	7	0	0.56	-0.04
10	7	0	0.61	0.16
12	7	0	0.66	-0.85
14	7	0	0.61	-0.21
16	7	0	0.66	0.21
0	8	0	7.07	7.00
2	8	0	5.27	5.12
4	8	0	7.56	7.06
6	8	0	4.32	4.29
8	8	0	6.53	6.04
10	8	0	3.71	3.70
12	8	0	4.33	5.15
2	9	0	0.56	0.52
4	9	0	0.65	0.39
6	9	0	0.61	-0.07
8	9	0	0.56	0.10
10	9	0	0.66	-0.15
0	10	0	1.17	1.01
2	10	0	3.65	3.72
4	10	0	2.54	2.95
1	0	1	17.37	19.35
3	0	1	15.20	15.98
5	0	1	18.11	16.53
7	0	1	16.83	16.94
9	0	1	14.65	14.90
2	0	0	13.92	17.00
4	0	0	17.27	19.87
6	0	0	16.77	17.86
8	0	0	19.06	20.77
10	0	0	12.63	12.90
12	0	0	17.97	16.98
14	0	0	9.23	8.96
16	0	0	10.83	10.28
18	0	0	8.95	9.06
20	0	0	9.34	8.74
22	0	0	5.13	5.26
2	1	0	0.35	1.47
4	1	0	1.09	1.51
6	1	0	0.43	0.36
8	1	0	1.62	1.67
10	1	0	0.43	-0.29
12	1	0	0.50	0.35
14	1	0	0.56	0.50
16	1	0	0.61	0.89
18	1	0	0.61	-0.47
20	1	0	0.56	0.18
22	1	0	0.66	-0.29
0	2	0	14.48	14.83
2	2	0	18.65	21.76
4	2	0	12.12	12.89
6	2	0	13.16	20.08
8	2	0	12.60	13.04
10	2	0	17.20	17.32
12	2	0	10.71	10.31
14	2	0	12.30	11.92
16	2	0	8.91	9.17
18	2	0	11.08	10.07
20	2	0	6.25	6.62
2	3	0	0.27	-0.02
4	3	0	0.43	0.58
6	3	0	0.43	1.26
8	3	0	1.55	-1.83
10	3	0	0.50	0.87
12	3	0	0.56	-1.20
14	3	0	0.56	-1.06
16	3	0	0.61	0.47
18	3	0	0.66	0.25
20	3	0	0.65	-0.97
0	4	0	20.03	20.98
2	4	0	12.92	12.47
4	4	0	15.39	16.04
6	4	0	11.16	11.16
8	4	0	14.60	14.50
10	4	0	9.53	9.57
12	4	0	12.05	11.78

H	K	L	FO	FC
8	4	4	4.64	4.71
2	5	4	3.66	-3.64

R-WERT (UNGEWICHTET)
R-WERT (GEWICHTET)
MITTLERE STANDARDABWEICHUNG

ENDE DER RECHNUNG

H	K	L	FO	FC
3	4	3	7.43	7.27
5	4	3	6.63	6.63
7	4	3	6.35	6.40
9	4	3	5.20	5.09
11	4	3	5.33	5.65
13	4	3	3.44	4.46
1	5	3	0.61	0.20
3	5	3	1.62	-1.46
5	5	3	1.13	1.04
7	5	3	0.65	-1.05
9	5	3	0.66	1.03
11	5	3	0.61	-0.80
13	5	3	0.61	0.07
1	6	3	5.66	5.73
3	6	3	5.21	5.07
5	6	3	4.62	4.74
7	6	3	4.36	4.36
9	6	3	4.48	4.56
11	6	3	3.35	3.92
1	7	3	0.66	-0.78
3	7	3	0.65	1.03
5	7	3	0.65	-0.74
7	7	3	0.71	0.46
0	0	4	9.10	9.34
2	0	4	4.51	4.73
4	0	4	3.42	3.37
6	0	4	4.15	4.45
8	0	4	5.03	5.34
10	0	4	3.44	3.48
12	0	4	5.23	5.52
2	1	4	0.65	0.35
4	1	4	0.66	0.74
6	1	4	0.65	-0.14
8	1	4	0.61	0.17
10	1	4	0.66	-0.15
2	2	4	3.56	4.03
4	2	4	5.55	6.29
6	2	4	3.93	4.03
8	2	4	5.67	6.11
10	2	4	3.42	3.83
12	2	4	5.33	5.36
2	3	4	0.66	-0.92
4	3	4	0.61	0.04
6	3	4	0.61	0.36
8	3	4	0.61	-0.26
10	3	4	0.65	0.38
0	4	4	6.45	5.96
2	4	4	3.31	3.48
4	4	4	5.11	4.93
6	4	4	2.73	3.15

H	K	L	FO	FC
14	6	2	5.98	5.77
2	7	2	0.65	-0.31
4	7	2	0.61	-0.79
6	7	2	0.65	0.35
8	7	2	0.61	-0.02
10	7	2	0.61	0.20
12	7	2	0.66	-0.62
0	8	2	5.65	5.34
2	8	2	3.63	3.41
4	8	2	5.49	5.56
6	8	2	3.44	3.18
8	8	2	4.85	4.67
10	8	2	2.47	2.99
2	9	2	0.66	0.41
4	9	2	0.65	0.08
1	0	3	5.07	4.19
3	0	3	9.25	8.73
5	0	3	8.60	8.69
7	0	3	9.29	8.78
9	0	3	7.44	7.81
11	0	3	8.44	7.69
13	0	3	5.[illegible]	5.85
15	0	3	6.24	5.94
17	0	3	5.43	5.77
1	1	3	0.55	0.77
3	1	3	2.[illegible]	-2.57
5	1	3	[illegible]	2.20
7	1	3	1.1[illegible]	-1.75
9	1	3	0.61	1.26
11	1	3	0.61	-0.33
13	1	3	1.76	1.42
15	1	3	0.65	-1.10
17	1	3	0.71	1.02
1	2	3	11.02	10.[illegible]
3	2	3	7.75	7.[illegible]
5	2	3	8.79	8.21
7	2	3	8.[illegible]	8.08
9	2	3	4.13	7.46
11	2	3	7.07	7.01
13	2	3	6.[illegible]	6.50
15	2	3	3.75	4.63
1	3	3	1.12	-1.80
3	3	3	1.87	1.74
5	3	3	0.61	-1.40
7	3	3	1.[illegible]	1.41
9	3	3	0.61	-1.10
11	3	3	0.65	0.89
13	3	3	0.61	-0.95
15	3	3	0.71	1.19
1	4	3	6.79	6.46

H	K	L	FO	FC
10	1	2	0.58	-0.34
12	1	2	0.55	0.24
14	1	2	0.[illegible]	0.28
16	1	2	0.65	0.64
18	1	2	0.61	-0.47
20	1	2	0.[illegible]	0.15
0	2	2	15.93	13.26
2	2	2	15.40	15.02
4	2	2	9.62	9.61
6	2	2	14.34	14.02
8	2	2	9.51	9.23
10	2	2	13.14	12.33
12	2	2	8.05	7.54
14	2	2	9.54	8.71
16	2	2	6.73	6.86
18	2	2	8.36	7.68
2	3	2	3.03	-2.37
4	3	2	0.51	0.32
6	3	2	0.50	0.81
8	3	2	0.56	-0.98
10	3	2	0.56	0.67
12	3	2	0.61	-0.81
14	3	2	1.51	-0.69
16	3	2	0.65	0.31
18	3	2	[illegible]	0.66
0	4	2	15.77	14.14
2	4	2	3.41	3.65
4	4	2	11.[illegible]	11.34
6	4	2	8.27	7.98
8	4	2	11.39	10.52
10	4	2	7.16	7.05
12	4	2	9.69	8.86
14	4	2	5.31	5.53
16	4	2	6.16	6.37
18	4	2	4.24	4.77
2	5	2	0.26	-0.32
4	5	2	0.55	0.57
6	5	2	0.56	0.21
8	5	2	0.61	0.46
10	5	2	0.51	-0.21
12	5	2	0.61	-0.19
14	5	2	0.61	0.11
16	5	2	0.65	0.88
6	6	2	4.[illegible]	4.16
2	6	2	9.20	8.43
4	6	2	5.32	6.28
6	6	2	7.85	7.47
8	6	2	5.35	5.21
10	6	2	7.34	6.89
12	6	2	3.50	3.96

5.7. Strukturfaktoren von $[Co(NH_3)_2]_2 \cdot H_2O$

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-3	1	5	24.91	23.77	-5	1	2	14.95	-14.88	10	0	6	10.60	10.43	4	0	0	59.19	58.50
-1	1	5	28.09	[illegible]	-3	1	2	23.04	21.09	12	0	6	10.56	10.82	6	0	0	40.82	39.36
1	1	5	20.[illegible]	[illegible]	-1	1	2	20.05	-23.50	12	0	8	7.16	-7.17	8	0	0	22.69	22.23
3	1	5	17.18	13.49	1	1	2	19.90	20.67	10	0	8	3.23	-4.11	10	0	0	37.47	36.46
5	1	5	17.27	17.[illegible]	3	1	2	15.26	-16.12	-8	0	8	3.47	-4.27	12	0	0	3.67	3.66
7	1	5	7.18	5.[illegible]	5	1	2	7.47	6.64	-6	0	8	7.38	-8.09	-16	0	2	2.32	0.67
9	1	5	9.[illegible]	9.77	7	1	2	4.27	3.02	-4	0	8	6.60	7.48	-14	0	2	7.28	7.21
11	1	5	1.5[illegible]	6.[illegible]	9	1	2	10.01	-10.10	-2	0	8	5.64	-5.44	-12	0	2	16.10	15.62
13	1	5	1.53	[illegible]	11	1	2	13.36	13.57	0	0	8	11.55	11.53	-10	0	2	1.73	1.39
-13	1	6	5.93	-5.[illegible]	13	1	2	12.14	-12.08	2	0	8	3.57	3.88	-8	0	2	38.77	37.61
-11	1	6	2.43	[illegible]	15	1	2	8.69	8.03	4	0	8	8.35	8.58	-6	0	2	8.71	-7.52
-9	1	6	1.77	[illegible]	-17	1	3	10.63	11.75	6	0	8	13.75	13.84	-4	0	2	46.44	45.45
-7	1	6	4.[illegible]	-4.[illegible]	-15	1	3	16.29	17.39	8	0	8	3.00	3.05	-2	0	2	27.13	29.52
-5	1	6	9.76	9.[illegible]	-13	1	3	15.62	16.76	10	0	8	15.25	14.76	0	0	2	29.68	33.19
-3	1	6	11.75	-11.[illegible]	-11	1	3	25.14	25.39	4	0	10	4.03	-3.87	2	0	2	47.78	51.70
-1	1	6	11.71	11.[illegible]	-9	1	3	21.82	22.27	2	0	10	3.86	-3.71	4	0	2	14.52	15.79
1	1	6	7.[illegible]	-7.[illegible]	-7	1	3	27.08	27.10	0	0	10	6.22	-5.45	6	0	2	64.08	68.46
3	1	6	4.67	-4.[illegible]	-5	1	3	23.01	23.57	2	0	10	2.73	2.88	8	0	2	14.79	15.61
5	1	6	7.06	1.12	-3	1	3	32.35	32.06	3	1	0	16.23	-15.72	10	0	2	39.01	38.70
7	1	6	5.52	-5.[illegible]	-1	1	3	27.53	28.09	5	1	0	21.88	22.38	12	0	2	20.27	20.34
9	1	6	7.12	7.[illegible]	1	1	3	3.91	4.54	7	1	0	21.58	-20.26	14	0	2	9.51	9.62
11	1	6	3.43	-3.[illegible]	3	1	3	17.52	18.71	9	1	0	17.06	16.99	16	0	2	17.93	17.61
13	1	6	[illegible]	[illegible]	5	1	3	1.60	1.81	11	1	0	9.06	-9.22	-16	0	4	4.29	5.05
-13	1	7	[illegible]	11.[illegible]	7	1	3	3.32	3.50	13	1	0	2.44	1.63	-14	0	4	7.01	-6.41
-11	1	7	12.91	12.[illegible]	9	1	3	1.22	-0.78	15	1	0	3.70	3.42	-12	0	4	13.31	13.41
-9	1	7	15.[illegible]	15.[illegible]	11	1	3	6.32	-5.68	17	1	0	5.97	-1.07	-10	0	4	2.50	3.24
-7	1	7	17.27	16.[illegible]	13	1	3	2.14	-1.55	-17	1	1	12.45	13.05	-8	0	4	15.35	19.24
-5	1	7	21.51	22.72	15	1	3	9.19	-8.95	-15	1	1	11.68	12.10	-6	0	4	25.28	25.37
-3	1	7	[illegible]	18.[illegible]	15	1	4	1.75	0.21	-13	1	1	21.37	21.39	-4	0	4	8.48	8.24
-1	1	7	15.[illegible]	16.33	-13	1	4	3.67	-3.63	-11	1	1	18.00	17.83	-2	0	4	47.27	48.79
1	1	7	23.[illegible]	23.[illegible]	-11	1	4	9.91	9.67	-9	1	1	19.64	19.55	0	0	4	4.62	-3.06
3	1	7	15.[illegible]	14.[illegible]	-9	1	4	12.72	-12.32	-7	1	1	24.30	23.71	2	0	4	39.09	42.82
5	1	7	17.[illegible]	17.[illegible]	-7	1	4	15.61	14.35	-5	1	1	5.28	4.75	4	0	4	22.02	23.95
7	1	7	17.15	12.[illegible]	-5	1	4	11.92	-11.33	-3	1	1	20.61	19.67	6	0	4	21.00	22.45
9	1	7	7.[illegible]	[illegible]	-3	1	4	4.68	4.97	-1	1	1	3.01	3.41	8	0	4	37.59	39.17
11	1	7	8.[illegible]	[illegible]	-1	1	4	3.92	2.98	1	1	1	5.66	6.48	10	0	4	10.03	10.82
-11	1	8	3.[illegible]	-4.[illegible]	1	1	4	9.20	-10.96	3	1	1	1.48	-1.33	12	0	4	28.57	28.67
-9	1	8	4.7[illegible]	[illegible]	3	1	4	14.62	14.86	5	1	1	10.67	-16.52	14	0	4	8.63	8.51
-7	1	8	5.17	-5.[illegible]	5	1	4	15.75	-17.03	7	1	1	3.50	-3.21	-14	0	6	3.27	-3.05
-5	1	8	2.9[illegible]	1.7[illegible]	7	1	4	14.11	13.11	9	1	1	15.96	-15.99	-12	0	6	8.70	-8.58
-3	1	8	1.25	[illegible]	9	1	4	7.91	-8.92	11	1	1	9.60	-9.53	-10	0	6	6.52	6.25
-1	1	8	3.71	-4.[illegible]	11	1	4	3.66	3.33	13	1	1	13.47	-13.37	-8	0	6	8.78	-8.11
1	1	8	4.25	[illegible]	13	1	4	1.30	2.41	15	1	1	9.44	-9.38	-6	0	6	13.05	13.39
3	1	8	6.26	-6.[illegible]	15	1	4	4.25	-4.50	17	1	1	10.02	-10.40	-4	0	6	3.29	3.19
5	1	8	3.53	6.[illegible]	-15	1	5	17.23	13.30	-17	1	2	5.39	5.44	-2	0	6	13.55	13.44
7	1	8	3.35	-3.[illegible]	-13	1	5	14.03	14.03	-15	1	2	9.97	-9.50	0	0	6	20.43	20.97
9	1	8	1.46	3.[illegible]	-11	1	5	13.56	18.09	-13	1	2	10.99	10.57	2	0	6	4.32	4.42
-9	1	9	8.44	6.5[illegible]	-9	1	5	21.31	20.17	-11	1	2	10.87	-11.22	4	0	6	30.29	30.87
-7	1	9	12.26	12.46	-7	1	5	19.15	18.76	-9	1	2	5.01	3.93	6	0	6	5.61	4.59
-5	1	9	11.24	9.93	-5	1	5	34.65	33.68	-7	1	2	3.74	3.25	8	0	6	23.24	23.28

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
1	3	0	2.93	[illegible]	-14	2	6	3.92	4.03	12	2	[illegible]	18.76	-14.[illegible]	-3	1	9	13.54	12.54
3	3	0	7.43	-5.[illegible]	-12	2	6	2.07	-2.12	14	2	2	12.33	-15.41	-1	1	9	12.70	13.09
5	3	0	12.45	12.[illegible]	-10	2	6	5.07	6.00	16	2	2	6.[illegible]	-6.11	1	1	9	13.58	13.09
7	3	0	12.81	-12.[illegible]	-8	2	[illegible]	3.47	-3.16	-16	2	[illegible]	4.66	3.[illegible]	[illegible]	1	9	14.33	12.43
-13	3	1	3.46	-3.[illegible]	-6	2	6	4.49	4.24	-14	2	3	2.34	-2.74	[illegible]	1	9	10.91	10.10
-11	3	1	17.47	-1[illegible]	-4	2	6	12.74	-12.[illegible]	-12	2	3	2.34	1.[illegible]	[illegible]	1	9	13.63	[illegible]
-9	3	1	13.97	-12.21	-2	2	6	3.31	-2.97	-10	2	3	3.08	[illegible]	-9	1	10	2.52	-2.[illegible]
-7	3	1	10.59	-12.[illegible]	[illegible]	2	6	3.35	-5.25	-8	2	3	3.6[illegible]	-4.[illegible]	-7	1	10	2.72	3.81
-5	3	1	29.59	-3[illegible]	2	2	6	23.19	-24.40	-6	2	3	9.90	8.18	-1	1	10	3.20	-2.53
-3	3	1	1.30	0.[illegible]	4	2	6	9.65	-3.59	-4	2	3	8.[illegible]	-9.1[illegible]	1	1	10	2.28	1.45
-1	3	1	32.31	-30.[illegible]	6	2	6	28.02	-28.96	-2	2	3	9.07	8.[illegible]	0	2	0	17.43	-16.07
1	3	1	1.[illegible]	-5.[illegible]	8	2	6	10.70	-12.07	0	2	3	3.[illegible]	-4.1[illegible]	2	2	0	54.41	-56.25
3	3	1	1.09	-1.[illegible]	10	2	6	1.[illegible]4	-16.[illegible]	2	2	3	1.[illegible]7	[illegible]	4	2	0	12.12	-12.41
5	3	1	[illegible].42	-4.[illegible]	12	2	6	1[illegible].75	-1.58	4	2	3	3.[illegible]7	3.[illegible]	6	2	0	34.94	-33.43
7	3	1	20.27	[illegible].27	-12	2	7	1.[illegible]	0.41	6	2	3	6.79	-6.82	8	2	0	34.44	-34.55
9	3	1	1.55	-1.18	-10	2	7	[illegible].17	-1.99	8	2	3	7.45	7.[illegible]	10	2	0	12.05	-11.72
11	3	1	20.72	19.82	-8	2	7	3.[illegible]	2.91	10	2	3	6.53	-6.46	12	2	0	29.89	-28.80
13	3	1	6.29	5.7[illegible]	-6	2	7	4.18	-3.97	12	2	3	4.28	4.17	14	2	0	3.57	-3.24
15	3	1	8.52	9.03	-4	2	7	4.58	2.50	14	2	3	2.70	-1.49	16	2	0	13.22	-13.13
-15	3	2	5.73	-5.36	-2	2	7	3.11	-3.23	-16	2	4	5.29	6.72	-16	2	1	1.30	[illegible].58
-13	3	2	5.39	6.[illegible]	[illegible]	2	7	1.[illegible]	0.01	-14	2	4	5.79	-5.30	-14	2	1	3.35	-3.16
-11	3	2	5.63	-5.[illegible]	[illegible]	2	7	[illegible].17	1.16	-12	2	4	[illegible].93	6.[illegible]	-12	2	1	6.81	6.11
-9	3	2	1.37	[illegible]	[illegible]	2	7	2.[illegible]	-1.51	10	2	4	7.41	-7.[illegible]	-10	2	1	8.32	-8.65
-7	3	2	1.54	[illegible]	[illegible]	2	[illegible]	[illegible].27	4.01	-8	2	4	6.50	-[illegible]	-8	2	1	8.71	7.90
-5	3	2	[illegible].[illegible]	-6.[illegible]	8	2	[illegible]	4.27	-3.[illegible]	-6	2	4	5.47	-[illegible]	-6	2	1	5.65	-[illegible].51
-3	3	2	1[illegible].[illegible]	11.07	10	2	[illegible]	[illegible].28	2.76	-4	2	4	3[illegible]	-31.[illegible]	-4	2	1	1.56	-1.11
-1	3	2	15.73	-[illegible]	-1[illegible]	2	[illegible]	4.[illegible]	3.96	-2	2	4	[illegible]	-[illegible]	-2	2	1	6.78	5.58
1	3	2	1[illegible]	1[illegible]	[illegible]	2	[illegible]	3.71	9.39	0	2	4	3[illegible].37	-40.[illegible]	0	2	1	9.35	-8.31
3	3	2	[illegible].48	-9.[illegible]	-6	2	[illegible]	1.44	-1.44	2	2	4	14.16	-1[illegible]	[illegible]	2	1	10.31	10.78
5	3	2	1.50	[illegible]	-4	2	8	4.47	4.80	4	2	4	32.66	-34.[illegible]	4	2	1	11.82	-11.14
7	3	2	1.44	2.52	-2	2	8	7.42	-7.30	6	2	4	26.18	-29.43	[illegible]	2	1	8.24	7.09
9	3	2	5.77	-5.21	0	2	8	[illegible].27	3.44	8	2	4	16.95	-16.[illegible]	8	2	1	3.47	-4.12
11	3	2	[illegible].[illegible]	7.7[illegible]	2	2	8	8.88	-6.53	10	2	4	30.4[illegible]	-29.[illegible]	10	2	1	2.[illegible]	-6.45
13	3	2	7.33	-7.1[illegible]	4	2	8	[illegible].57	-3.51	12	2	4	[illegible].9[illegible]	-5.17	12	2	1	2.34	3.72
15	3	2	[illegible]	[illegible]	6	2	8	3.34	-3.52	14	2	4	1[illegible].74	-19.[illegible]	14	2	1	5.[illegible]	-4.85
-12	3	3	1[illegible].7	-1[illegible]	[illegible]	2	9	11.30	-11.26	-14	2	5	[illegible].4[illegible]	2.36	16	2	1	3.79	4.29
-13	3	3	19.7[illegible]	-1[illegible]	-8	2	9	2.55	0.98	-12	2	5	4.49	-4.38	-16	2	2	5.68	-6.34
-11	3	3	[illegible].7[illegible]	[illegible]	-6	2	9	1.71	0.90	-10	2	5	5.14	4.56	-14	2	2	5.55	-6.18
-9	3	3	26.42	-26.[illegible]	-4	2	9	1.70	-1.33	-8	2	5	4.61	-4.1[illegible]	-12	2	2	5.77	-5.46
-7	3	3	7.[illegible]	[illegible]	-2	2	9	2.80	2.92	-6	2	5	1.50	0.41	-10	2	2	26.12	-26.16
-5	3	3	14.[illegible]	-[illegible]	[illegible]	2	9	1.77	-2.15	-4	2	5	4.72	3.53	-8	2	2	7.43	-7.49
-3	3	3	[illegible].[illegible]	[illegible]	[illegible]	2	9	[illegible].12	1.27	-2	2	5	5.02	-5.[illegible]3	-6	2	2	46.03	-45.[illegible]3
-1	3	3	5.[illegible]	[illegible]	[illegible]	2	9	1.37	-1.09	0	2	5	7.07	7.[illegible]	-4	2	2	19.17	-19.59
1	3	3	2[illegible]	[illegible]	[illegible]	2	10	3.01	2.96	2	2	5	5.67	-5.48	-2	2	2	56.36	-56.[illegible]3
3	3	3	[illegible]	[illegible]	9	3	[illegible]	1[illegible].33	1.69	4	2	5	5.20	5.67	0	2	2	41.87	-45.50
5	3	3	17.37	-17.[illegible]	11	3	0	5.59	-5.15	6	2	5	2.62	-2.60	2	2	2	15.06	-15.71
7	3	3	1.34	1.35	13	3	0	1.66	1.35	8	2	5	1.35	0.53	4	2	2	52.49	-55.02
9	3	3	1.26	1.35	15	3	0	1.98	2.01	10	2	5	2.18	1.92	6	2	2	12.75	-13.06
11	3	3	2.41	-2.15	-15	3	1	2[illegible].48	-1[illegible].75	12	2	5	4.23	-3.78	8	2	2	39.01	-42.17
13	3	3	9.65	[illegible]	[illegible]	3	1[illegible]	2.39	-2.18	14	2	5	2.70	3.09	10	2	2	16.10	-17.16

H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC	H	K	L	FO	FC
-8	4	6	2.76	-2.19	4	4	2	17.47	18.31	3	3	7	11.11	-13.63	15	3	3	1.66	0.67
-7	4	6	5.27	6.37	6	4	2	31.25	31.62	5	3	7	8.47	-8.00	-15	3	4	2.22	0.98
-4	4	6	5.77	[illegible]	8	4	2	14.73	14.96	7	3	7	8.79	-9.06	-13	3	4	1.97	-1.93
-2	4	6	7.13	[illegible]	10	4	2	22.36	21.82	9	3	7	7.45	-7.43	-11	3	4	5.63	6.34
0	4	6	1[illegible]	[illegible]	12	4	2	11.32	12.10	-9	3	8	2.81	2.03	-9	3	4	7.55	-7.81
2	4	6	[illegible]	[illegible]	14	4	2	8.99	8.80	-7	3	8	1.82	-2.15	-7	3	4	8.22	8.85
4	4	6	14.[illegible]	15.14	-14	4	3	3.03	-3.59	-5	3	8	2.32	1.63	-5	3	4	6.75	-6.05
6	4	[illegible]	7.[illegible]	[illegible]	-12	4	3	1.62	2.41	-3	3	8	2.00	[illegible]	-3	3	4	1.68	2.53
8	4	6	11.[illegible]	13.[illegible]	-10	4	3	2.26	2.12	-1	3	8	2.18	-1.91	-1	3	4	1.09	1.98
10	4	6	8.24	[illegible]	-8	4	3	7.51	-7.26	1	3	8	2.85	3.29	1	3	4	6.05	-5.21
-10	4	7	2.41	-1.[illegible]	-	4	3	10.63	11.40	3	3	8	3.77	-3.51	3	3	4	6.05	7.56
-8	4	7	3.5[illegible]	[illegible]	-	4	3	12.27	-11.48	5	3	8	3.06	4.12	5	3	4	10.65	-9.78
-6	4	7	5.72	[illegible]	-2	4	3	7.64	8.73	7	3	8	1.52	[illegible]	7	3	4	7.16	9.13
-4	4	7	3.29	[illegible]	0	4	3	5.04	-5.53	-6	3	9	12.97	-12.34	9	3	4	6.85	-6.10
-2	4	7	[illegible]	[illegible]	2	4	3	1.73	0.42	-3	3	9	5.78	-5.19	11	3	4	2.33	2.78
0	4	7	2.15	[illegible]	4	4	3	3.69	4.08	-1	3	9	13.61	-13.72	13	3	4	1.56	1.68
2	4	7	1.43	[illegible]	6	4	3	2.60	-8.29	1	3	9	13.23	-12.88	-13	3	5	14.92	-15.37
4	4	7	[illegible]	[illegible]	8	4	3	9.74	9.22	3	3	9	10.40	-9.65	-11	3	5	15.91	-16.66
6	4	7	4.93	[illegible]	10	4	3	7.06	-8.32	0	4	0	44.93	46.02	-9	3	5	13.94	-13.79
8	4	7	4.53	[illegible]	12	4	3	6.18	5.73	2	4	0	20.56	21.20	-7	3	5	25.94	-24.78
-8	4	8	[illegible]	[illegible]	14	4	3	2.23	-1.72	4	4	0	25.23	22.42	-5	3	5	15.49	-14.53
-4	4	8	3.[illegible]	[illegible]	-14	4	4	2.33	-2.35	6	4	0	21.59	21.06	-3	3	5	31.53	-29.41
-2	4	8	2.42	[illegible]	-12	4	4	4.[illegible]	4.83	8	4	0	18.45	17.[illegible]	-1	3	5	8.39	-7.38
0	4	8	4.34	4.[illegible]	-10	4	4	3.33	3.20	10	4	0	18.93	18.58	1	3	5	16.51	-16.95
2	4	8	3.65	[illegible]	-8	4	4	7.49	6.60	12	4	0	7.43	7.70	3	3	5	15.06	-18.10
4	4	8	4.27	[illegible]	-6	4	4	[illegible]	13.67	14	4	0	11.83	12.53	5	3	5	3.55	-3.55
6	4	8	6.43	6.93	-4	4	4	9.46	8.59	-14	4	1	5.74	-4.92	7	3	5	17.62	-17.43
1	5	0	2.74	1.59	-2	4	4	22.75	22.08	-12	4	1	6.56	7.41	9	3	5	1.75	1.20
3	5	0	2.62	-3.3[illegible]	0	4	4	8.74	8.54	-10	4	1	11.21	-10.36	11	3	5	7.64	-7.26
5	5	0	3.65	3.04	2	4	4	21.44	21.92	-8	4	1	7.89	7.89	13	3	5	1.94	0.63
7	5	0	2.15	-2.38	4	4	4	16.77	17.57	-6	4	1	7.81	-7.13	-13	3	6	2.73	-2.49
9	5	0	3.47	[illegible]	6	4	4	17.89	17.55	-4	4	1	1.56	0.51	-11	3	6	2.75	2.15
11	5	0	2.[illegible]	-2.82	8	4	4	20.[illegible]	20.84	-2	4	1	3.29	5.[illegible]	-9	3	6	2.03	0.73
13	5	0	1.[illegible]	[illegible]	10	4	4	11.67	11.71	0	4	1	11.19	-11.50	-7	3	6	2.03	-2.55
-13	5	1	-[illegible]	[illegible]	12	4	4	15.53	15.[illegible]	2	4	1	13.15	13.[illegible]	-5	3	6	5.55	5.30
-11	5	1	[illegible]	8.57	-12	4	5	5.73	-5.98	4	4	1	1[illegible]	-13.53	-3	3	6	6.81	-6.00
-9	5	1	7.73	7.94	-10	4	5	4.15	4.49	6	4	1	10.26	10.[illegible]	-1	3	6	6.66	7.49
-7	5	1	16.[illegible]	15.7[illegible]	-8	4	5	4.78	-3.87	8	4	1	4.49	-4.72	1	3	6	4.75	-5.06
-5	5	1	7.23	-7.3[illegible]	-6	4	5	1.60	1.40	10	4	1	0.87	-0.52	3	3	6	1.95	2.81
-3	5	1	15.[illegible]	15.43	-4	4	5	1.03	1.39	12	4	1	4.78	5.17	5	3	6	1.30	0.95
-1	5	1	9.[illegible]	[illegible]	-2	4	5	7.08	-6.21	14	4	1	5.85	-6.11	7	3	6	3.90	-3.54
1	5	1	5.61	6.23	0	4	5	8.55	9.14	-14	4	2	4.02	3.34	9	3	6	3.69	4.98
3	5	1	1.60	-1.44	2	4	5	3.42	-3.46	-12	4	2	13.05	3.[illegible]	11	3	6	5.41	-4.87
5	5	1	3.34	[illegible]	4	4	5	7.38	7.57	-10	4	2	5.32	5.45	-11	3	7	12.35	-12.90
7	5	1	5.52	5.33	6	4	5	3.60	-3.32	-8	4	2	19.64	19.77	-9	3	7	8.68	-9.10
9	5	1	1[illegible].95	[illegible]	-	4	5	0.56	0.23	-6	4	2	8.21	7.88	-7	3	7	17.67	-17.91
11	5	1	2.13	[illegible]	10	4	5	2.05	2.33	-4	4	2	23.54	24.54	-5	3	7	17.32	-17.48
13	5	1	10.34	[illegible]	12	4	5	4.76	-4.77	-2	4	2	24.40	24.49	-3	3	7	12.41	-11.54
-13	5	2	2.50	0.85	-12	4	6	3.77	-4.29	0	4	2	24.00	23.35	-1	3	7	20.39	-20.47
-11	5	2	1.77	-1.43	-10	4	5	2.78	2.30	2	4	2	25.76	27.11	1	3	7	8.31	-9.13

H	K	L	FO	FC
-7	7	3	2.74	-1.93
-5	7	3	5.99	-6.21
-3	7	3	8.90	-8.56
-1	7	3	1.41	-0.35
1	7	3	9.45	-9.33
3	7	3	2.75	3.13
5	7	3	9.01	-0.66
7	7	3	1.25	1.57
-5	7	4	1.64	1.38
-3	7	4	1.15	-0.51
-1	7	4	1.06	0.41
1	7	4	1.66	1.40
3	7	4	1.32	-1.30
5	7	4	2.56	1.72
-3	7	5	10.85	-11.34
-1	7	5	2.73	-2.90
1	7	5	4.37	-5.76
0	8	0	4.98	4.59
2	8	0	8.68	9.03
-2	8	1	1.66	1.67
0	8	1	3.59	-3.66

R-WERT (UNGEWICHTET)
R-WERT (GEWICHTET)
MITTLERE STANDARDABWEICHUNG

ENDE DER RECHNUNG

H	K	L	FO	FC
2	5	3	3.14	-4.20
2	5	3	1.57	0.41
4	5	3	3.05	2.24
6	5	3	5.50	-5.26
[illegible]	5	3	6.49	6.51
[illegible]	5	4	6.49	-6.27
[illegible]	5	4	2.33	-1.93
-2	5	4	[illegible]	[illegible]
[illegible]	5	4	6.22	-5.77
[illegible]	5	4	3.99	-3.65
-2	5	4	10.37	-9.28
0	5	4	8.95	-8.90
2	5	4	10.22	-10.89
4	5	4	11.33	-11.42
6	5	4	10.43	-10.66
8	5	4	11.72	-11.74
-6	5	5	2.47	-3.47
-4	5	5	1.32	0.69
-2	5	5	2.33	2.88
0	5	5	3.74	-3.72
2	5	5	5.21	5.21
4	5	5	4.51	-5.38
6	5	5	1.11	1.38
8	5	5	1.37	-3.44
-8	5	6	1.53	-1.51
-6	5	6	2.14	-1.95
-4	5	6	4.13	-4.44
-2	5	6	5.97	-4.80
0	5	6	5.67	-5.97
2	5	6	6.75	-7.24
4	5	6	1.33	-0.74
6	5	6	1.55	1.96
8	5	6	2.00	-1.76
7	5	6	1.77	1.15
-7	7	1	3.12	-3.74
-5	7	1	11.8	-11.56
-3	7	1	1.66	2.03
-1	7	1	10.31	-10.60
1	7	1	0.56	0.21
3	7	1	1.65	-0.62
5	7	1	1.25	-1.72
7	7	1	7.79	7.67
-7	7	2	2.82	0.52
-5	7	2	1.59	1.33
-3	7	2	2.55	-1.47
-1	7	2	2.20	1.20
1	7	2	2.30	-1.33
3	7	2	2.06	0.91
5	7	2	1.71	-0.63
7	7	2	1.35	-0.58

H	K	L	FO	FC
-5	5	6	2.05	0.79
-3	5	6	2.40	-2.17
-1	5	6	2.61	1.45
1	5	6	1.60	-1.63
3	5	6	1.98	1.45
5	5	6	1.75	-1.[illegible]
7	5	6	1.44	-2.47
-7	5	7	8.83	8.62
-5	5	7	9.59	9.88
-3	5	7	11.81	12.34
-1	5	7	5.16	5.04
1	5	7	16.13	16.97
3	5	7	5.20	5.35
5	5	7	11.51	12.21
-3	5	8	1.37	-0.04
-1	5	8	0.50	-2.24
1	5	8	1.79	0.79
0	6	0	20.50	-20.23
2	6	0	16.08	-16.67
4	6	0	12.91	-13.54
6	6	0	14.08	-14.05
8	6	0	10.50	-10.70
10	6	0	16.19	-16.36
-11	6	1	6.35	-7.01
-8	6	1	7.20	6.19
-6	5	1	4.01	-4.02
-4	6	1	0.71	-0.15
-2	6	1	5.18	3.92
0	6	1	7.39	-7.75
2	6	1	9.05	9.48
4	6	1	9.12	-9.50
6	6	1	6.61	6.25
8	6	1	3.62	-3.39
10	6	1	1.03	-0.82
-10	6	2	6.87	-6.27
-8	6	2	7.89	-7.03
-6	6	2	8.47	-7.48
-4	6	2	11.80	-12.25
-2	6	2	13.77	-13.86
0	6	2	13.90	-13.94
2	6	2	13.56	-13.87
4	6	2	13.02	-12.39
6	6	2	14.19	-13.37
8	6	2	12.41	-12.51
10	6	2	10.43	-10.10
-10	6	3	3.53	2.76
-6	6	3	4.31	-3.72
-8	6	3	7.36	6.74
-4	6	3	7.43	-7.83
-2	6	3	7.60	7.64

H	K	L	FO	FC
-9	5	2	1.06	0.01
-7	5	2	1.32	0.66
-5	5	2	2.00	-2.99
-3	5	2	3.31	2.39
-1	5	2	1.80	-2.50
1	5	2	3.02	2.40
3	5	2	1.90	-2.14
5	5	2	2.73	2.38
7	5	2	2.05	-0.34
9	5	2	2.67	-1.60
11	5	2	2.88	1.83
13	5	2	1.84	-2.02
-13	5	3	5.81	6.08
-11	5	3	13.59	13.57
-9	5	3	7.02	5.83
-7	5	3	19.20	13.70
-5	5	3	12.63	12.47
-3	5	3	13.23	12.96
-1	5	3	21.06	20.72
1	5	3	5.38	-5.20
3	5	3	16.52	16.54
5	5	3	5.21	-5.83
7	5	3	4.75	4.33
9	5	3	1.48	0.58
11	5	3	5.41	-5.24
-11	5	4	2.03	1.06
-9	5	4	2.23	-2.20
-7	5	4	2.19	0.99
-5	5	4	1.54	-1.84
-3	5	4	2.12	0.93
-1	5	4	1.71	-0.53
1	5	4	1.54	-1.70
3	5	4	3.25	2.43
5	5	4	1.64	-2.62
7	5	4	2.73	2.04
9	5	4	1.05	-1.07
11	5	4	1.89	1.23
-11	5	5	7.83	8.07
-9	5	5	12.43	12.26
-7	5	5	5.29	5.14
-5	5	5	21.34	22.27
-3	5	5	5.78	6.24
-1	5	5	16.17	16.35
1	5	5	9.60	9.69
3	5	5	6.02	6.77
5	5	5	12.54	13.40
7	5	5	2.50	-2.34
9	5	5	9.36	9.16
-9	5	6	0.90	0.20
-7	5	6	1.75	-1.12

6. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden präparative, spektrometrische und röntgenographische Untersuchungen an Alkalimetall-pseudohalogenocadmaten und -mercuraten durchgeführt. Ternäre Verbindungen dieser d^{10}- Elemente zeichnen sich durch eine besondere strukturelle Vielfalt aus; bei einer Zusammensetzung ABX_3 wird z.B. bei Mercuraten unter dem Einfluß der unterschiedlichen Eigenschaften, wie Platzbedarf und Polarisierbarkeit des Anions X^- und des Kations A^+ digonale, trigonal planare, verzerrt tetraedrische und oktaedrische Koordination am Quecksilber ausgebildet.
Die Züchtung der für die geplanten röntgenographischen Untersuchungen benötigten Einkristalle gelang einerseits durch Diffusionskristallisation zwischen wäßrigen bzw. acetonischen Lösungen von binären Ausgangsverbindungen und andererseits durch Fernhalten der infolge des hohen pH- Wertes der Lösungen unvermeidlich gebildeten Hydrolyseprodukte aus dem Kristallisationsraum.
Im ersten Teil der Arbeit wurde festgestellt, daß das Cyanation in seinem strukturchemischen Verhalten mit dem Chloridion verglichen werden kann. So enthält die Struktur des $KCd(NCO)_3$ nicht, wie bisher angenommen, dimere, tetraedrisch konfigurierte $Cd_2(NCO)_6$- Baugruppen, sondern kristallisiert isotyp zu der Verbindung $KCdCl_3$. Oktaedrische $Cd_2(NCO)_6$- Baugruppen sind über gemeinsame Kanten zu Doppelketten der Bauformel ${}^1_\infty[Cd(NCO)_{3/3}(NCO)_{2/2}(NCO)]$ verbunden, die über die K^+- Ionen verknüpft werden.

Der recht unübersichtliche reaktive Verlauf bei der Umsetzung wäßriger Hg(II)- Salzlösungen mit KOCN konnte aufgeklärt werden. Neben Hydrolyseprodukten ("basische Salze") wird bei Abwesenheit von Halogenidionen in wäßrigem Medium nur die Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ gebildet, die einkristallin erhalten werden konnte. In Gegenwart von Halogenidionen (z.B. Cl^-) werden stets gemischte Halogenocyanatokomplexe gebildet.
Aus methanolischer Lösung konnte erstmals der Trikomplex $KHg(NCO)_3$ in Einkristallen erhalten werden. In der rhombischen Verbindung ist die oktaedrische Koordination des $KCdCl_3$- Typs in Richtung auf digonale $Hg(NCO)_2$- Baugruppen verzerrt, so daß die Verbindung zweckmäßiger als Doppelsalz $KOCN \cdot Hg(NCO)_2$ formuliert werden kann. Ähnliche Koordinationsverhältnisse konnten auch in der triklinen Verbindung $K_2Hg_3(NCO)_8$ gefunden werden.
Die Größe des Gegenkations hat bei den Cyanatokomplexen offensichtlich einen geringen Einfluß, denn die entsprechenden Rb- und Cs- Salze besitzen den gleichen Aufbau.
Zum eingehenderen Studium der strukturellen Verwandtschaft der Chloro- und Cyanatokomplexe wurden weiterhin die oben erwähnten gemischten Chlorocyanatomercurate näher untersucht. Die Verbindungen α-$KHg(NCO)_2Cl$, β-$KHg(NCO)_2Cl$ und $KHgCl_2NCO \cdot H_2O$ sind ebenfalls als Doppelsalze mit digonalen $Hg(NCO)_2$- bzw. $HgCl_2$- Baugruppen aufzufassen.
Um weiteren Aufschluß über das strukturchemische Verhalten der Pseudohalogenidionen OCN^-, SCN^- und N_3^- zu erhalten, wurde im zweiten Teil der Arbeit der Einfluß dieser Anionen

auf digonale $Hg(CN)_2$- Baugruppen in ternären Pseudohalogenodicyanomercuraten untersucht. Es zeigte sich, daß alle erhaltenen Verbindungen als Doppelsalze $AX \cdot Hg(CN)_2$ (A = Na^+, K^+, Rb^+ und Cs^+) aufzufassen sind, da in den Festkörperstrukturen digonale $Hg(CN)_2$- Baugruppen neben A^+ und X^-- Ionen vorliegen, wobei es durch zusätzliche Koordination der X^-- Ionen an die $Hg(CN)_2$- Einheiten zur Ausbildung von Oktaederschichten der Bauformel ${}^2_\infty[Hg(CN)_2X_{4/4}]$ kommt.

Selbst in der Verbindung $CsHg(CN)_2SCN$ werden keine HgX_3^-- Baugruppen ausgebildet, obwohl in den entsprechenden ternären Cyano- und Thiocyanatoverbindungen trigonal planare Baugruppen gefunden wurden.

Die wasserhaltigen Verbindungen $NaX \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$ (X = OCN^- und N_3^-) und $CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$ unterscheiden sich nicht wesentlich in ihrem Aufbau von den wasserfreien Verbindungen. Die Pseudohalogenidionen koordinieren hier über beide endständigen Atome und die H_2O- Moleküle sind stets Bestandteil der Umgebung der Alkalimetallkationen.

Die folgende Tabelle gibt die ermittelten Raumgruppen, Gitterkonstanten und Strukturmerkmale der im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Verbindungen wieder.

Verbindung	Raumgruppe und Gitterparameter	Strukturmerkmale (Angaben in pm)
$KCd(NCO)_3$	P nma a = 999 pm b = 367 pm c = 1834 pm Z = 4	$KCdCl_3$- Typ kantenverknüpfte Oktaederdoppelketten; Cd- Koordination: 224(1x), 233(2x) und 246(3x).

Verbindung	Raumgruppe und Gitterparameter	Strukturmerkmale (Angaben in pm)
$KHg(NCO)_3$	P nma a = 1015 pm b = 399 pm c = 1773 pm Z = 4	verzerrte $KCdCl_3$- Anordnung; digonale $Hg(NCO)_2$- Baugruppen neben NCO^-- und K^+- Ionen; Hg- Koordination: 207(1x),210(1x),247(2x) und 304(2x).
$K_2Hg_3(NCO)_8$	P $\bar{1}$ a = 1083 pm b = 1053 pm c = 395 pm α = 85,5 β = 85,6 γ = 92,1 Z = 1	digonale $Hg(NCO)_2$- Baugruppen; Hg- Atome durch Koordination benachbarter NCO- Gruppen verzerrt oktaedrisch umgeben; Koordination der Hg- Atome: a. 203(2x),287(2x) und 302(2x) b. 203(1x),204(1x),259(2x) 293(1x) und 308(1x)
$RbHg(NCO)_3$	P nma a = 1009 pm b = 411 pm c = 1821 pm Z = 4	isotyp $KHg(NCO)_3$
$Rb_2Hg_3(NCO)_8$	P $\bar{1}$ a = 1093 pm b = 1066 pm c = 402 pm α = 86 β = 85 γ = 93 Z = 1	isotyp $K_2Hg_3(NCO)_8$
$Cs_2Hg_3(NCO)_8$	P $\bar{1}$ a = 1098 pm b = 999 pm c = 914 pm α = 86 β = 85 γ = 88 Z = 2	Aufbau analog $K_2Hg_3(NCO)_8$, jedoch verdoppelte Zelle

Verbindung	Raumgruppe und Gitterparameter	Strukturmerkmale
α-$KHg(NCO)_2Cl$	P nma a = 947 pm b = 413 pm c = 1706 pm Z = 4	$Hg(NCO)_2$- Baueinheiten neben Cl^-- und K^+- Ionen
β-$KHg(NCO)_2Cl$	P nma a = 1740 pm b = 615 pm c = 1221 pm Z = 8	$Hg(NCO)_2$- Baueinheiten neben Cl^-- und K^+- Ionen
$KHgCl_2NCO \cdot H_2O$	P nma a = 421 pm b = 1337 pm c = 1211 pm Z = 4	$HgCl_2$- Baugruppen neben NCO^-- und K^+- Ionen
$NaHg(CN)_2NCO \cdot 2H_2O$	P 2/m a = 938 pm b = 376 pm c = 583 pm β = 90,1 Z = 1	Doppelsalz $NaOCN \cdot Hg(CN)_2$ $2H_2O$ mit digonalen $Hg(CN)_2$- Baugruppen neben NCO^-- und Na^+- Ionen; Koordination des Hg- Atoms: 2 CN- Gruppen bei 201 pm 4 NCO- " bei 282 pm Die Na^+- Ionen sind oktaedrisch von 4 H_2O (247pm) und 2 CN- Gruppen (248pm) umgeben; Aufbau von Oktaederschichten durch Verknüpfung der NCO-Gruppen über beide endständigen Atome.
$KHg(CN)_2NCO$	C mcm a = 402 pm b = 1863 pm c = 859 pm Z = 4	istotyp $KHg(CN)_2J$; digonale $Hg(CN)_2$- Baugruppen neben NCO^-- und K^+- Ionen; Koordination der Hg- Atome 2 CN- Gruppen bei 205 pm 4 NCO- " bei 298 pm
$RbHg(CN)_2NCO$	C mcm a = 418 pm b = 1895 pm c = 866 pm Z = 4	isotyp $KOCN \cdot Hg(CN)_2$

Verbindung	Raumgruppe und Gitterparameter	Strukturmerkmale
$CsHg(CN)_2NCO$ H_2O	C 2/c a = 1832 pm b = 842 pm c = 1074 pm β = 93,6 Z = 8	Doppelsalz $CsOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot H_2O$ analoger Aufbau von Oktaederschichten wie in der Na-Verbindung; Koordination des Hg-Atoms: 2 CN-Gruppen bei 203 und 202 pm 4 NCO-Gruppen bei 272 bis 291 pm
$KHg(CN)_2SCN$	C mcm a = 426 pm b = 1903 pm c = 914 pm Z = 4	isotyp $KOCN \cdot Hg(CN)_2$
$RbHg(CN)_2SCN$	C mcm a = 446 pm b = 1938 pm c = 898 pm Z = 4	isotyp $KOCN \cdot Hg(CN)_2$
$CsHg(CN)_2SCN$	C mcm a = 466 pm b = 1979 pm c = 889 pm Z = 4	isotyp $KOCN \cdot Hg(CN)_2$
$NaHg(CN)_2N_3$ $2H_2O$	P 2/m a = 948 pm b = 380 pm c = 566 pm β = 91 Z = 1	isotyp $NaOCN \cdot Hg(CN)_2 \cdot 2H_2O$
$KHg(CN)_2N_3$	C mcm a = 403 pm b = 1862 pm c = 852 pm Z = 4	isotyp $KOCN \cdot Hg(CN)_2$

8. Literaturverzeichnis

1. R.BAUER,
Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg 1973.

2. D.MESSER,
Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg 1973.

3. R.G.PEARSON,
J. Amer. Chem. Soc. 85, 3533 (1963).

4. A.H.NORBURY,
Adv. Inorg. Chem. Radiochem. 17, 231 (1975).

5. P.HILFRICH,
Diplomarbeit Universität Erlangen-Nürnberg 1974.

6. L.BIRKENBACH und H.KOLB,
Ber. Deut. Chem. Ges. 66, 1571 (1933).

7. D.BRITTON und J.D.DUNITZ,
Acta Cryst. 18, 424 (1965).

8. K.ASE und K.AARFLOT,
Acta Chem. Scand. 28, 137 (1974).

9. R.A.BAILEY und S.L.KOZAK,
J. Inorg. Nucl. Chem. 31, 689 (1969).

10. G.V.TSINTSADZE, A.M.MAMULASHVILI und L.P.DEMCHENKO,
Russ. Journ. of Inorg. Chem. 15, 145 (1970).

11. J.NELSON und S.M.NELSON,
J. Chem. Soc. 1968A, 1597.

12. J.L.BURMEISTER und T.P.O'SULLIVAN,
Inorg. Chim. Acta, 3, 479 (1969).

13. S.M.NELSON und T.M.SHEPHERD,
J. Inorg. Nucl. Chem. 27, 2123 (1965).

14. A.M.GOLUB, G.V.TSINTSADZE und A.M.MAMULASHVILI,
Russ. Journ. of Inorg. Chem. 14, 1589 (1969).

15. M.SCHAFER und C.CURRAN,
Inorg. Chem. 4, 623 (1965).

16. J.KOHOUT, M.QUASTLEROVA-HVASTIJOVA und J.GAZO,
Collect. Czech. Chem. Comm. 36, 4026 (1971).

17. M.A.BUSH und G.A.SIM,
J. Chem. Soc. 1970A, 605.

18. G.R.KNOX, C.R.ROBERTSON, A.T.Mc.PHAIL und G.A.SIM,
J. Chem. Soc. 1971A, 205.

19. F.VALACH, M.DUNAY-JURCO, J.GARAJ und M.HVASTIJOVA,
Collect. Czech. Chem. Comm. 39, 380 (1974).

20. D.M.DUGGAN und D.N.HENDRICKSON,
J. Chem. Soc. Chem. Commun. 411 (1973).

21. D.M.DUGGAN und D.N.HENDRICKSON,
Inorg. Chem. 13, 2929 (1974).

22. S.L.ANDERSON, D.BROWN und A.H.NORBURY,
J. Chem. Soc. Chem. Commun. 997 (1974).

23. GMELINs Handbuch der anorg. Chemie 34,
Teil B, Lfg. 3, 1227 (1968).

24. R.RIPAN,
Bull. Soc. Stiinte Cluj, 4, 499 (1929).

25. E.SÖDERBÄCK,
Acta Chem. Scand. 11, 1622 (1957).

26. A.YU.TSIVADZE, YU.YA.KHARITONOV und G.V.TSINTSADZE,
Russ. J. Inorg. Chem. 17, 1417 (1972).

27. A.YU.TSIVADZE, G.V.TSINTSAZE, YU.YA.KHARITONOV,
A.M.GOLUB und A.M.MAMULASHVILI,
Russ. Journ. Inorg. Chem. 15, 934 (1970).

28. F.H.KRUSE,
Acta Cryst. 16, 105 (1965).

29. Z.V.ZVONKA,
Z. fiz. Chim. 26, 1798 (1952).

31. G.KLOPMAN,
J. Amer. Chem. Soc. 90, 223, (1968).

32. R.S.DRAGO und B.B.WAYLAND,
J. Amer. Chem. Soc. 87, 3571 (1965).

33. C.H.JONES,
J. Chem. Phys. 25, 1069 (1950).

34. A.H.NORBURY,
J. Chem. Soc. 1968A, 1598.

35. E.L.WAGNER,
J. Chem. Phys. 43, 2728 (1965).

36. R.J.BALAHURA und R.B.JORDAN,
Inorg. Chem. 9, 1567 (1970).

37. P.F.FORD,
Inorg. Chem. 10, 2153 (1971).

38. O.W.HOWARD, R.E.RICHARDS und L.M.VENAZI,
J. Chem. Soc. 1964A, 3335.

39. M.WITANOWSKI und C.A.WEBB,
"Nitrogen NMR",Plenum Press,London und
New York (1973).

40. R.G.WEISSENHORN,
Z. anorg. allg. Chem. 126, 159 (1976).

41. I.LINDQVIST,
Acta Cryst. 10, 29 (1957).

42. J.L.BURMEISTER, E.A.DEARDORF, A.JENSEN und
V.H.CHRISTIANSEN,
Inorg. Chem. 9, 58 (1970).

43. J.POWELL und B.L.SHAW,
J. Chem. Soc. 1965A, 3879.

44. E.J.HARMSEN,
Z. Kristallogr. 100, 208 (1938).

45. R.M.BARR und M.GOLDSTEIN,
J. Inorg. Nucl. Chem. Lett. 10, 33 (1974).

45. F.BASOLO,
Coord. Chem. Rev. 3, 213 (1968).

46. M.MORI,
Bull. Soc. Japan, 34, 295 (1961).

47. W.CLEGG, D.A.GRENNHALGH und B.P.STRAUGHAN,
J. Chem. Soc. Dalton, 2591 (1975).

48. B.ZASLOW und G.L.FERGUSON,
J. Chem. Soc. Chem. Commun. 822 (1967).

49. A.F.WELLS,
"Structural Inorganic Chemistry"
Clarendon Press, Oxford (1975).

50. R.W.G.WYKOFF,
"Crystal Structures"
Interscience, New York (1963).

51. D.GRDENIC,
J. Chem. Soc. Quart. Rev. 19, 303 (1965).

52. K.AURIVILIUS und C.STALHANDSKE,
Acta Chem. Scand. A30, 735 (1976).

53. L.E.ORGEL,
J. Chem. Soc. 1958, 4166.

54. R.S.NYHOLM,
Proc. Chem. Soc. 273 (1961).

55. K.J.FISHER und R.S.DRAGO,
Inorg. Chem. 14, 2804 (1975).

56. W.BILTZ,
"Raumchemie der festen Stoffe"
Verlag von Leopold Voss, Leipzig (1934).

57. P.GROTH,
Chemische Kristallographie, Bd.1, 334
Engelmann Verlag, Leipzig (1906).

58. S.S.MALCIC,
Bull. Inst. Nucl. Sci. "Boris Kidrich",
Belgrad, 9, 1279 (1959).

59. A.WEISS und K.DAMM,
Z. Naturforsch. 9b, 82 (1954).

60. K.SAGISAMA, K.KITIHAMA, H.KIRIYAMA und R.KIRIYAMA,
Acta Cryst. 30b, 1603 (1974).

61. K.R.ANDRESS und J.GUNDERMANN,
Z. Kristallogr. 87A, 345 (1934).

62. B.BREHLER,
Z. anorg. allg. Chem. 406, 62 (1974).

63. B.BREHLER und P.SÜSSE,
Naturwiss. 56, 517 (1963).

64. C.D.WEST,
Z. Kristallogr. 88A, 198 (1944).

65. A.BONEFACIC,
Acta Cryst. 14, 116 (1961).

66. H.HARTL und S.STEIDEL,
Z. Naturforsch. 32b, 6 (1977).

67. D.WAGNER,
Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg (1976).

68. D.FORSTER und D.M.L.GOODGAME,
J. Chem. Soc. 1964, 2790.

69. E.NACHBAUR,
Mh. Chemie, 104, 538 (1973).

70. T.C.J.WADDINGTON,
J. Chem. Soc. 1959, 2499.

71. Z.IQBAL,
Optics Communications, 2, 33 (1970)

72. O.MASSON und I.MASSON,
Z. phys. Chem. 70, 303 (1910).

73. I.G.Farbenindustrie,
F.P. 695 479 (1930).

74. T.L.DAVIS und A.L.LOGAN,
J. Amer. chem. Soc. 50, 2493 (1928).

75. G.HERZBERG und C.REID,
Disc. Farad. Soc. 9, 92 (1950).

76. U.MÜLLER,
Z. anorg. allg. Chem. 399, 183 (1973).

77. G.H.STOUT und L.H.JENSEN,
"X-Ray Structure Determination",
McMillan Company, New York (1968).

78. D.EVANS und H.MROSE,
Acta Cryst. 11, 56 (1958).

79. M.J.BUERGER,
"X-Ray Crystallography",
J.Wiley & Sons Inc., New York (1958).

80. K.A.HOFMANN und H.WAGNER,
Ber. Deut. Chem. Ges. 41, 1628 (1908).

81. R.POGGIALE,
Compt. Rend. 23, 762 (1946).

82. D.H.BRETT,
Phil. Mag. 12, 235 (1938).

83. R.VARET,
Ann. Chim. Phys. 8, 240 (1896).

84. A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA,
Z. anorg. allg. Chem. 336, 66 (1965).

85. A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA,
Proc. Natl. Acad. Sci. India, A33, 461 (1963).

86. F.PIRRONE und P.ROSSINI,
Gazz. Chim. Ital. 66, 235 (1936).

87. A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA,
Z. anorg. allg. Chem. 317, 343 (1962).

88. E.RUPP und S.GOY,
Apotheker-Ztg. 23, 373 (1908).

90. A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA,
Z. anorg. allg. Chem. 297, 65 (1958).

91. A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA,
Z. anorg. allg. Chem. 312, 230 (1961).

92. S.J.COLMAN, R.A.PENNEMAN, L.H.JONES und I.K.KRESSIN,
Inorg. Chem. 7, 1174 (1968).

93. A.K.AGRAWAL und R.C.MEHROTRA,
J. prakt. Chem. 33, 119 (1968).

94. R.C.SECCOMBE und C.H.L.KENNARD,
Journ. of organomet. Chem. 18, 243 (1969).

95. G.FERRARIS und M.FRANDINI-ANGELA,
Acta Cryst. 28b, 3572 (1972).

96. GMELINs Handbuch der anorg. Chemie 34,
Teil B, Lfg. 1, 313 (1968).

97. G.E.PRINGLE und D.E.NOAKES,
Acta Cryst. 24b, 262 (1968).

98. G.DENIGES,
Compt. Rend. 216, 604 (1942).

99. K.ROSSMANITH,
Monatsh. Chem. 98, 501 (1967).

100. T.HORST,
US. Pat. 2690957 (1954).

101. GMELINs Handbuch der anorg. Chemie 33,
Erg. 491 (1959).

102. GMELINs Handbuch der anorg. Chemie 32,
Erg. 965 (1956).

103. A.PÜRZER,
Universität Erlangen-Nürnberg, Privatmitteilung

104. D.FORSTER und W.HORROCKS,
Inorg. Chem., 2, 339 (1967).

105. YU.YA.KHARITONOV und G.V.TSINTSADZE,
Russ. Journ. of Inorg. Chem., 5, 1191 (1965).

106. D.SEYBOLD und K.DEHNICKE,
Z. anorg. allg. Chem. 361, 277 (1968).

LEBENSLAUF

Peter Volker Hilfrich,
geboren am 25. Juli 1948 in Bamberg als Sohn des Textilkaufmanns Carl Peter Hilfrich und seiner Ehefrau Annely, geb. Schlechter.
Seit 31. Mai 1974 verheiratet.

Schulbildung und Studium

1954 - 1958 Volksschule in Bamberg

1958 - 1967 Gymnasium in Bamberg, Reifezeugnis vom 21. Juli 1967

Ab Wintersemester 1967 Studium der Chemie in Erlangen

Vorexamen am 1. Dezember 1970

Diplomchemiker-Hauptexamen am 16. Juli 1973

Diplomarbeit von September 1973 bis Februar 1974 über das Thema: Alkalimetallcyanatometallate des Zinks, Cadmiums und Quecksilbers

Ab September 1973 bis März 1975 studentische bzw. wissenschaftliche Hilfskraft, ab April 1975 Verwalter der Dienstgeschäfte eines wissenschaftlichen Assistenten am Institut für anorganische Chemie I der Universität Erlangen-Nürnberg.

Copy-Center 2000
852 ERLANGEN · Obere Karlstr. 30
Tel. 09131-26197